



HAL
open science

Compréhension des facteurs de contrôle des performances de la déshydratation mécanique des boues résiduelles en filtre-presse

Julian Tosoni

► **To cite this version:**

Julian Tosoni. Compréhension des facteurs de contrôle des performances de la déshydratation mécanique des boues résiduelles en filtre-presse. Génie des procédés. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2015. Français. NNT : 2015CLF22650 . tel-01308192

HAL Id: tel-01308192

<https://theses.hal.science/tel-01308192>

Submitted on 27 Apr 2016

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. 2650
E.D.S.P.I.C. : 733

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

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

Titre de la thèse :

**Compréhension des facteurs de contrôle des performances de la
déshydratation mécanique des boues résiduelles en filtre-presse**

Soutenue publiquement le 14 décembre 2015 devant le jury :

Christophe Vial

Président du jury, Polytech Clermont, Université Blaise Pascal

Patricia Arlabosse

Rapporteur, Ecole des Mines d'Albi

Michel Baudu

Rapporteur, GRESE, Université de Limoges

Sylvie Gillot

Examineur, Irstea, Centre de Lyon

Pascal Ginisty

Examineur, IFTS, Agen

Jean-Christophe Baudez

Directeur de thèse, Irstea, Centre de Clermont-Ferrand

Romain Girault

Examineur, Irstea, Centre de Clermont-Ferrand

COMPREHENSION DES FACTEURS DE
CONTROLE DES PERFORMANCES DE LA
DESHYDRATATION MECANIQUE DES BOUES
RESIDUAIRES EN FILTRE-PRESSE

Remerciements

Après trois ans de thèse, vient le moment des remerciements. Même si ce paragraphe vient en début de mémoire, sa rédaction est le signe que la rédaction du mémoire touche à sa fin.

Je tiens tout d'abord à remercier Romain Girault de m'avoir fait confiance en me choisissant comme doctorant. La fin de thèse fut compliquée mais on a été au bout !

Merci à Philippe Héritier de m'avoir pris comme stagiaire et de m'avoir recommandé pour cette thèse.

Merci à Jean Christophe Baudez d'avoir été le directeur de cette thèse.

Merci à Christian Vial d'avoir accepté de présider mon jury, merci à Patricia Arlabosse et Michel Baudu d'avoir rapporté ce mémoire, pas forcément facile à lire et merci à Sylvie Gillot et Pascal Ginisty d'avoir accepté de composer mon jury.

Merci à Guy Brenon pour toutes les pièces réalisées depuis mon arrivée en stage.

Je tiens également à remercier Simon, Tatyana et Sarah, mes 3 stagiaires pour leur travail et leur bonne humeur. Merci à Johann et Jean-Claude pour leurs nombreux coups de main. Johann on se souviendra un moment de notre semaine d'essais à Liège !

Enfin, merci à Justine, Pierrot et l'ensemble de ma famille de m'avoir poussé à aller au bout de cette thèse malgré un nouveau parcours professionnel.

Résumé

Dans un contexte d'augmentation des volumes de boues résiduelles produits, comprendre et optimiser les processus de déshydratation mécanique est crucial. Leurs performances conditionnent tant le fonctionnement global de la station que son bilan environnemental et économique. En effet, la siccité des boues déshydratées impacte fortement les procédés ou filières permettant leur valorisation à l'échelle des territoires (compostage, valorisation agronomique directe, incinération, ...) ainsi que leur bilan environnemental direct et indirect (tonnages à transporter, ...). De plus, les filtrats devront être traités par la station, et leur composition influence significativement le fonctionnement de la filière de traitement des eaux.

Les filtres-presses font partie des procédés de déshydratation mécanique les plus utilisés dans les filières boues des stations d'épuration des eaux usées. Leurs performances sont fonction à la fois de leurs paramètres de fonctionnement et des propriétés de la boue à déshydrater. Les connaissances actuelles sont cependant insuffisantes pour permettre (1) d'expliquer pourquoi certaines boues se déshydratent mieux que d'autres et (2) de relier ces phénomènes aux processus mis en œuvre lors de la déshydratation mécanique. Le poste de déshydratation fonctionne ainsi comme une boîte noire à partir de laquelle il est difficile de prédire les performances d'un outil de déshydratation appliqué à une boue particulière et d'anticiper des dysfonctionnements. Dans ce contexte, l'objectif de ce travail de thèse était de comprendre quels sont les facteurs de contrôle des performances de la déshydratation mécanique des boues d'épuration en filtre-presse et comment ces derniers impactent le fonctionnement du procédé.

Dans un premier temps, l'impact des paramètres de fonctionnement des filtres-presses sur leurs performances a été étudié en cellule de filtration tangentielle (cellule de laboratoire reproduisant les processus d'un filtre presse industriel). Ce travail a permis de hiérarchiser les paramètres opératoires selon leur impact sur les performances de déshydratation. Cette étude a permis de mettre en évidence que le paramètre le plus sensible est l'épaisseur de gâteau suivi de la pression. L'impact de ces paramètres est en partie lié à celui du gradient de pression sur les équations de la filtration même si ce dernier doit être considéré en 3D pour expliquer les résultats observés.

Dans un second temps l'étude de l'impact des propriétés des boues sur les performances de déshydratation a été réalisée. Pour ce faire, ce travail s'est focalisé sur l'impact d'un des procédés qui modifie le plus les propriétés des boues : la digestion anaérobie. L'objectif de ce travail était d'identifier comment le temps de séjour hydraulique (TSH) appliqué dans le digesteur influence les propriétés physicochimiques des boues et les performances de déshydratation évaluées au travers d'essais de déshydratation en cellule de filtration tangentielle. Cette phase a permis de montrer que quand le TSH augmente de 0 à un $TSH_{critique}$, la déshydratabilité de la boue diminue. Au-delà de ce $TSH_{critique}$, cette dernière s'améliore sans pour autant atteindre celle de la boue brute. Ces phénomènes ont pu être reliés à une modification des équilibres osmotiques entre les floccs et le milieu interstitiel couplée à une modification de la matrice d'exopolymères solubles des floccs.

Enfin, un modèle numérique permettant de simuler la déshydratation des boues résiduelles a été implémenté sous COMSOL multiphysics[®]. Au travers des processus modélisés, il prend en compte les principaux facteurs de contrôle des performances identifiés auparavant. Après ajustement des paramètres sur un unique essai de déshydratation à une pression donnée, le modèle permet de prédire la siccité du gâteau pour une pression comprise entre 3 et 15 bars.

Mots clés : Déshydratation, filtre-presse, cellule de filtration tangentielle, boue résiduelle

Table des matières

Remerciements	4
Résumé	6
Table des matières.....	8
Table des illustrations	18
<i>I. Figures.....</i>	<i>19</i>
<i>II. Tableaux</i>	<i>26</i>
Introduction Générale	28
<i>I. Introduction</i>	<i>29</i>
<i>II. Définition de la problématique</i>	<i>34</i>
<i>III. Plan de thèse.....</i>	<i>35</i>
Premier chapitre : Etat de l’art	37
<i>I. Origine et caractéristiques des boues.....</i>	<i>38</i>
1. Origine et composition.....	38
a. Origine de la production de boues.....	38
b. Les boues primaires.....	39
c. Les boues secondaires	40
d. Les boues digérées	41
e. Les autres boues	43
f. Récapitulatif	43
2. Composition et structure des boues.....	43
a. Composition des matières en suspensions des boues	44
(i) Les boues secondaires	44
(ii) Les digestats	46
b. La matrice d’exopolymères	46
(i) Définition.....	47
(ii) Composition des EPS	47

c.	Etats de l'eau dans les boues	48
3.	Processus de conditionnement et impact sur les propriétés des boues	49
a.	Les réactifs minéraux	50
b.	Les polyélectrolytes de synthèse	52
II.	<i>Procédés de déshydratation industriels des boues</i>	53
1.	Les centrifugeuses	53
a.	Fonctionnement	53
b.	Performances	54
2.	Les filtres à bandes presseuses	54
a.	Fonctionnement	54
b.	Performances	55
3.	Les filtres-presses	55
a.	Fonctionnement	55
b.	Performances	58
4.	Comparaisons des performances des trois procédés	58
a.	Siccité du gâteau	58
b.	Retours en tête	59
III.	<i>Impact des paramètres opératoires sur les performances de déshydratation</i>	60
1.	Impact de la pression de filtration	60
a.	Impact de la pression maximale appliquée	60
b.	Impact de la dynamique d'application de la pression	61
c.	L'effet limitant de la pression osmotique	62
(i)	Définition de la notion de pression osmotique	62
(ii)	Impact des équilibres osmotique au sein de la suspension de boue	65
d.	Récapitulatif	66
2.	Impact de l'épaisseur de gâteau	66

a.	Impact de l'épaisseur sur la siccité finale.....	66
b.	Impact de l'épaisseur sur la cinétique de déshydratation	68
c.	Récapitulatif.....	69
3.	Impact de la perméabilité de la toile filtrante.....	69
4.	Synthèse	70
IV.	<i>Impact des caractéristiques des boues sur les performances de déshydratation.....</i>	<i>71</i>
1.	Impact des exopolymères sur la structure des floes et la déshydratation	71
2.	Impact de l'hydrophobicité des boues.....	72
3.	Impact de la teneur en cations.....	72
4.	Influence du pH.....	73
a.	Impact sur les teneurs en charges de surface.....	73
b.	Impact sur la matrice d'EPS.....	74
5.	Synthèse	75
V.	<i>Impact des procédés appliqués aux boues sur leur déshydratabilité : focus sur la digestion anaérobie</i>	<i>76</i>
1.	Impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues	76
a.	Comparaison de la déshydratabilité des boues avant et après digestion.....	76
b.	Impact du temps de séjour hydraulique (TSH) du digesteur sur la déshydratabilité des boues digérées.....	76
2.	Impact de la digestion anaérobie sur les caractéristiques de la matrice d'EPS des boues.....	78
a.	Impact de la digestion anaérobie industrielle sur les EPS	78
b.	Impact du temps de séjour hydraulique des digesteurs (TSH) sur les EPS	79
3.	Synthèse	81
VI.	<i>Conclusion.....</i>	<i>83</i>
1.	Limites des connaissances sur l'impact des paramètres opératoires sur les performances du procédé.	83
2.	Limites des connaissances sur l'impact des caractéristiques des boues sur les performances du procédé.	84

3.	Comment prédire les performances des filtres-presses ?	85
VII.	<i>Références bibliographiques</i>	86

Second chapitre : Etude de l'impact des paramètres opératoires sur les performances de déshydratation en cellule de filtration tangentielle..... 90

I.	<i>Abstract</i>	91
II.	<i>Introduction</i>	91
III.	<i>Materials and methods</i>	93
1.	Sludge sampling and analysis	93
2.	Sludge conditioning	93
3.	Tangential filtration cell.....	95
4.	Experimental design.....	96
5.	Analysis of the results: sensitivity analysis.....	98
IV.	<i>Results</i>	98
1.	Repeatability and reproducibility	98
2.	Impact of operating parameters.....	101
a.	Impact of filtration pressure.	101
b.	Impact of pressure holding time.	103
c.	Impact of rate of pressure increase.....	104
d.	Impact of the pressure application mode.....	104
e.	Impact of the cake thickness.	105
3.	Sensitivity analysis of the operating parameters	105
a.	Cake dryness.	106
b.	Dryness cartography.....	107
c.	Dewatering kinetics.....	107
V.	<i>Discussion</i>	108
1.	The effect of pressure on dewatering efficiency	108
2.	The effect of thickness on dewatering efficiency.....	110

3.	Sensitivity analysis of the operating parameters	111
VI.	<i>Conclusion</i>	112
VII.	<i>Nomenclature</i>	113
1.	Abbreviation	113
2.	Other	113
VIII.	<i>Acknowledgements</i>	114
IX.	<i>References</i>	114

Troisième chapitre : Impact des caractéristiques des boues sur les performances de déshydratation mécanique des boues en cellule de filtration tangentielle : focus sur l'impact de la digestion anaérobie.. 116

I.	<i>Abstract</i>	117
II.	<i>Introduction</i>	118
III.	<i>Materials and methods</i>	119
1.	Sludge sampling	119
2.	Anaerobic digestion experiments	120
3.	Physico-chemical sludge characterization	121
a.	Total and volatile solids	121
b.	pH	121
c.	Conductivity	121
d.	Capillary Suction Time (CST)	122
e.	Specific analysis for filtrates	122
4.	Determination of the optimum conditioning dosing	122
a.	Ferric chloride dosage	122
b.	Polymer dosage	123
5.	Sludge dewatering experiments by filtration in a tangential filtration cell	124
6.	Sludge dewatering experiments by centrifugation	126
IV.	<i>Results and discussion</i>	126
1.	Biogas production and biodegradation in batch experiments	126

2.	Evolution of sludge characteristics during anaerobic digestion	128
a.	pH.....	128
b.	Conductivity.....	129
c.	Capillary suction time	130
3.	Impact of anaerobic digestion on conditioning dosages.....	131
a.	Ferric chloride dosage	131
b.	Polymer dosage	132
c.	Correlations between conditioning dosage and sludge characteristics during anaerobic digestion experiments.....	134
4.	Impact of anaerobic digestion on dewatering efficiency.....	136
a.	Cake dryness with tangential filtration.....	136
b.	Cake dryness with centrifugation	138
c.	<i>Correlation between dewatering efficiency and sludge characteristics during anaerobic digestion experiments.....</i>	139
5.	Impact of anaerobic digestion on filtrate/centrate characteristics	142
V.	<i>Conclusion.....</i>	143
VI.	<i>Acknowledgements.....</i>	144
VII.	<i>References.....</i>	144
	Quatrième chapitre : développement d'un modèle numérique permettant de simuler la déshydratation mécanique des boues en cellule de filtration tangentielle	146
I.	<i>Abstract.....</i>	147
II.	<i>Introduction</i>	147
III.	<i>Material and methods.....</i>	149
1.	Experiments	149
a.	Sludge sampling and conditioning	149
b.	Sludge characterization	151
c.	Experimental apparatus and design.....	153

2.	Modeling approach	154
a.	Equations.....	154
(i)	Solid behavior:	154
(ii)	Filtrate behavior:	155
(iii)	Continuity of the system.....	156
b.	Modeling Assumptions	156
c.	Model implementation and meshing.....	158
d.	Boundary and initial conditions	159
(i)	Boundary conditions:.....	160
(ii)	Initial conditions:.....	160
e.	Sensitivity analysis of model.....	160
f.	Model calibration	161
(i)	Determination of the optimum set of parameters	161
(ii)	Determination of the calibration parameters	161
<i>IV.</i>	<i>Results</i>	<i>162</i>
1.	Experimental results.....	162
2.	Sensitivity analysis of the dewatering model.....	164
3.	Model calibration.....	165
4.	Mathematical certainty of the parameters	167
5.	Analysis of the 3D simulation results	168
6.	Validation of the model.....	171
<i>V.</i>	<i>Conclusion</i>	<i>173</i>
<i>VI.</i>	<i>Acknowledgments</i>	<i>174</i>
<i>VII.</i>	<i>References</i>	<i>174</i>
	Cinquième chapitre : Discussion générale, conclusions et perspectives	176
<i>I.</i>	<i>Synthèse et discussion générale</i>	<i>177</i>

1.	Facteurs de contrôles liés au procédé : Principaux résultats et limites du travail proposé	177
2.	Facteurs de contrôle liés aux caractéristiques des boues	182
<i>II.</i>	<i>Quelles perspectives pour optimiser les performances des filtres-presses ?</i>	<i>190</i>
1.	Vers le développement d'outils au service de l'optimisation du procédé industriel	190
a.	Des outils expérimentaux au service de l'optimisation des procédés.....	190
b.	Des outils numériques permettant de prédire les performances des procédés de déshydratation	194
c.	Des indicateurs pour apprécier de manière indirecte la déshydratabilité des boues	194
2.	Vers une optimisation du procédé industriel	195
<i>III.</i>	<i>Références bibliographiques.....</i>	<i>197</i>

Table des illustrations

I. Figures

Figure 1 : Volume traité et nombre de stations d'épuration en fonction de la taille de la station en 2008 (Ministère de l'écologie, du développement durable et de l'énergie)	30
Figure 2 : Fréquence d'utilisation des différents procédés de déshydratation mécanique (à gauche, en % des stations équipées d'un dispositif de déshydratation mécanique ; à droite, en % de la production de boue (en MS) déshydratée mécaniquement (Source : Analyse des données du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie ; Portail d'information sur l'assainissement communal ; données de 2012)	30
Figure 3 : Répartition des différentes voies d'élimination ou de valorisation en fonction des filières de déshydratation mécanique. (Source : Analyse des données du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie ; Portail d'information sur l'assainissement communal ; données de 2012).....	31
Figure 4 : Proportion des boues produites en France traitées avec les différents procédés de déshydratation mécanique en fonction de la taille des stations. (Source : Analyse des données du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie ; Portail d'information sur l'assainissement communal ; données de 2012).....	32
Figure 5 : Impacts environnementaux liés à la filière boue (Source : Rapport de stage de fin étude de Claire Gourdet : « Evaluation des performances environnementales des procédés de traitement des boues d'épuration par l'Analyse du Cycle de Vie »).....	33
Figure 6 : Siccité des boues déshydratées en filtre-pressé avec conditionnement polymère sur 15 sites différents (rapports de bilans annuels de campagne de valorisation des boues disponibles complété par l'acquisition de données auprès des exploitants)	34
Figure 7 : Architecture du travail de thèse proposé.	36
Figure 8 : Schémas d'une station d'épuration à boues activées	39
Figure 9 : Schéma des installations du traitement secondaire en station d'épuration.....	40
Figure 10 : Schéma des différentes réactions biologiques se produisant dans le digesteur.	42
Figure 11 : Schémas d'un floc de boue activée [23].....	45

Figure 12 : La structure en 3 niveaux des floccs de boue activée [28].....	46
Figure 13 : Représentation schématique d'une particule en suspension boueuse [6].....	49
Figure 14 : Résultante des forces de répulsion et attraction entre deux particules[46]	50
Figure 15 : Evolution de la structure physicochimique d'un flocc de boue sous conditionnement chimique [47]	51
Figure 16 : Schéma d'un décanteur centrifuge à axe horizontal [8]	53
Figure 17 : Schémas d'un filtre à bande [8]	54
Figure 18. : Schémas d'un filtre-presse [8]	56
Figure 19 : Remplissage d'un filtre-presse [8].....	56
Figure 20 : Débâtissage d'un filtre-presse [8].....	57
Figure 21 : Performances réelles observées sur site des procédés de déshydratation mécanique [4].	59
Figure 22 : Bilan de la charge représentée par les différents postes de retours en tête de la filière boue (en DCO, azote et phosphore totaux ; moyenne sur 3 prélèvements)[4].....	59
Figure 23 : Influence de la montée en pression sur la cinétique de compression d'une boue activée flocculée (concentration = 7g/L) [8].....	62
Figure 24 : Principe du phénomène d'osmose [6].....	63
Figure 25 Influence de l'épaisseur de gâteau sur sa siccité pour une boue d'alun flocculée, à une pression de 5 bars [64]	67
Figure 26 Influence de la quantité de boue à déshydrater sur la compression d'une boue semi-solide à une pression de 6 bars [8]	68
Figure 27 : Evolution du volume d'eau extrait pendant la déshydratation pour différentes épaisseurs de gâteau[64].....	69
Figure 28 Mesure de CST effectués sur des boues avant et après digestion anaérobie sur 6 sites différents.[37].....	76

Figure 29 : Evolution du CST normalisé en fonction du TSH. [98]	77
Figure 30 : Evolution du CST brut en fonction du TSH.[99]	77
Figure 31 : Impact de la digestion anaérobie sur le rendement des EPS.[37].....	78
Figure 32 : Relation entre le rendement d'EPS (ECP sur la figure) et le CST mesuré pour les boues digérées et non digérées.[37]	79
Figure 33 : Evolution de la teneur en EPS dans la partie soluble (LB content et insoluble (TB content) des boues.[98]	80
Figure 34 : Evolution de la teneur en protéines (PN) et polysaccharides (PS) dans la partie soluble et insoluble des EPS.[98].....	81
Figure 35 : Siccité moyenne après déshydratation en centrifugeuse de boues digérées sur 4 sites industriels.	84
Figure 36 : Determination of the optimal dose of ferric chloride.	94
Figure 37 : Determination of the optimal dose of polymer.....	94
Figure 38 : Tangential filtration cell during filtration and compaction phases.....	95
Figure 39 : Considered part of the cake for dryness cartography.	96
Figure 40 : Studied operating parameters for dewatering experiments, represented on the graph of the protocol for pressure application.	97
Figure 41 : Impact of the filtration pressure on the cake dryness.	101
Figure 42 : Impact of the pressure on the dryness heterogeneity in the cake.....	102
Figure 43 : Impact of the filtration pressure on dewatering kinetics.	102
Figure 44 : Impact of the pressure holding time during the filtration phase on the cake dryness.....	103
Figure 45 : Standardized Pareto diagram for the analysis of the effect of filtration pressure and pressure holding time on the average dryness of the cake.	103
Figure 46 : Impact of the pressure application mode on the cake dryness.....	104

Figure 47 : Impact of the cake thickness on the cake dryness	105
Figure 48 : Sensitivity indexes and cake dryness.....	106
Figure 49 : Sensitivity indexes for dryness cartography in the cake.....	107
Figure 50 : Sensitivity indexes and dewatering kinetics.	108
Figure 51 : Correlation between the pressure gradient and the cake dryness.	111
Figure 52 : Determination of the optimal dose of ferric chloride for raw sludge and digested sludge.	123
Figure 53 : Example of the results of drainage experiments aiming at the determination of the optimal dose of polymer.....	124
Figure 54 : Tangential filtration cell.....	125
Figure 55 : Gas production as a function of HRT for each digested sludge	127
Figure 56: Evolution of TS as a function of HRT, for each digested sludge. (The measured standards deviations are small and correspond to approximately 1% of the value (not visible in the figure)).....	127
Figure 57 : Evolution of pH as a function of HRT, for each digested sludge.....	128
Figure 58 : Evolution of conductivity as a function of HRT, for each digested sludge. (The measurement standards deviations are small and correspond to approximately 1% of the value (not visible in the figure)).....	129
Figure 59 : Evolution of normalized CST as a function of HRT, for each digested sludge. .	130
Figure 60 : Evolution of optimal dosage of ferric chloride (%TS) as a function of HRT, for each digested sludge.....	131
Figure 61 : Ferric chloride consumption for a ton of TS from raw sludge 1 as a function of HRT.....	132
Figure 62 : Evolution of optimal dosage of polymer as a function of HRT, for each digested sludge.	133

Figure 63 : Polymer consumption for a ton of TS from raw sludge 1 as a function of HRT, (concentration of the industrial solution=500g.L ⁻¹)	133
Figure 64: Optimal dosage of ferric chloride as a function of sludge conductivity.....	135
Figure 65 : Optimal dosage of polymer as a function of sludge conductivity.	136
Figure 66 : Evolution of cake dryness after dewatering in tangential filtration cell as a function of HRT, for each digested sludge.....	137
Figure 67 : Effects of compaction on the dryness of the cake for sludge 1	137
Figure 68 Effects of anaerobic digestion on the amount of sludge after dewatering, for one ton of TS in raw sludge.	138
Figure 69 : Evolution of cake dryness after dewatering in laboratory centrifuge as a function of HRT, for each digested sludge.....	139
Figure 70 : Correlation between cake dryness after centrifugation and sludge conductivity	140
Figure 71 : Evolution of ammonium concentration in filtrate from tangential filtration dewatering as a function of HRT, for each studied sludge.	142
Figure 72 : Impact of the digester HRT on nitrogen loading rate from liquor recirculation (expressed as a percentage of incoming nitrogen load of the wastewater treatment plant) for sludge 1	143
Figure 73 : Determination of the optimal dose of ferric chloride.	150
Figure 74 : Determination of the optimal dose of polymer.....	151
Figure 75 : Evolution of the specific resistance to filtration as a function of cake dryness for sludge 1 at four different pressures.	152
Figure 76 : Cross flow filtration cell.	153
Figure 77 : Cross flow cell meshing.....	158
Figure 78 : Three views of the quarter of the filtration cell, built on COMSOL Multiphysics™ with numbered system boundaries.	159
Figure 79 : Evolution of filtrate mass during filtration experiments.....	162

Figure 80 : Evolution of cake dryness during filtration experiments.....	162
Figure 81 : Evolution of the filtration rates during filtration experiment.	163
Figure 82 : Sensitivity indexes of model parameters calculated for final cake dryness (+/- signs represente the direction of the parameter variation).	164
Figure 83 : Comparison between simulated and experimental evolution of the mass of filtrate during dewatering experiment.....	165
Figure 84 : Calculated specific resistance to filtration in cross flow cell as a dryness function for sludge 1 and 2.	166
Figure 85: Confidence region for D and B obtained for sludge 1.....	167
Figure 86 : Confidence region for D and A obtained for sludge 1.....	167
Figure 87 : Confidence region for A and B obtained for sludge 1.....	168
Figure 88 : Simulated dryness mapping in the filtration cell during experiment for sludge 1 (figures on the right are transversal cutting planes and figures on the left are radial cutting planes).	169
Figure 89 : Grey levels obtained from cake analysis by X-ray microtomography.	170
Figure 90 : Simulated filtrate streamlines for sludge 1, at t = 20s (on the left) and at t = 2800s (on the right).....	171
Figure 91 : Comparison between simulated and experimental impact of filtration pressure on cake dryness.	172
Figure 92 : Comparison between simulated and experimental impact of cake thickness on cake dryness.	172
Figure 93: Nombre de publication recensées par le moteur de recherche "scopus" traitant de l'impact de la pression et de l'épaisseur sur la déshydratation des boues.....	177
Figure 94 : Siccité du gâteau en fonction de son épaisseur.....	178
Figure 95 : Siccité du gâteau en fonction de la pression de filtration	178

Figure 96 : Comparaison entre l'influence de la pression de filtration mesurée expérimentalement et simulée par le modèle développé (chapitre 4, IV, 6).....	179
Figure 97 : Comparaison entre l'influence de l'épaisseur mesurée expérimentalement et simulée par le modèle développé (chapitre 4, IV, 6).....	180
Figure 98 : Siccité dans les différentes chambres du filtre-presse pilote	181
Figure 99 : Impact de la digestion anaérobie en réacteur batch : synthèse des résultats du chapitre 3	183
Figure 100 : Impact de la digestion anaérobie en CSTR sur la déshydratabilité des boues et les doses de conditionnement.	186
Figure 101 : Impact de l'ajout de cosubstrats sur la déshydratation mécanique des boues digérées.....	188
Figure 102 : Impact de modification du ratio boue primaire / boue secondaire sur la déshydratation mécanique des boues digérées (<i>R1 : 46% de boue primaire, R2 : 70% de boue primaire et R3 : 30% de boues primaires</i>)	188
Figure 103 : Impact du stockage sur la déshydratation mécanique des boues	189
Figure 104 : Comparaison des résultats obtenus en CFC et CFT lors d'une expérimentation de stockage.	192
Figure 105: Image transversale d'une carotte de gâteau de cellule de filtration tangentielle obtenue par microtomographie, en suivant le protocole présenté par Léonard [4].....	193
Figure 106 : Comparaison des mesures de conductivité aux résultats de déshydratation en cellule de filtration tangentielle pour la boue A.	195
Figure 107 Présentation de trois structures de toiles permettant de diminuer significativement l'épaisseur de gâteau	196

II. Tableaux

Tableau 1 : Récapitulatifs des connaissances.....	70
Tableau 2 : Evolution de la teneur en charge de surfaces négative(en meq.g _{de} MS ⁻¹) selon le pH [8]	74
Tableau 3 : Synthèse de l'impact des caractéristiques des boues sur leur déshydratation.....	75
Tableau 4 : synthèse de l'impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues	82
Tableau 5 : Dryness and OM/DM ratio of each sample.....	93
Tableau 6 : Results of repeatability tests.....	99
Tableau 7 : Results of reproducibility tests	100
Table 8 : Characteristics of three wastewater treatment plant where sludge was sampled....	120
Table 9 : Characteristics of sampled raw and digested sludge.....	121
Table 10 : Correlation coefficients between conditioning dosages and sludge characteristics	134
Table 11 : Correlation coefficients between dewatering efficiency and sludge characteristics	140
Tableau 12 : Optimal conditioning agent doses.	151
Tableau 13 : OM/TS values for sludges 1 and 2.	152
Tableau 14 : Considered assumptions for model development.....	157
Tableau 15 : Description of the boundaries of the filtration cell.....	159
Tableau 16 : Calibration parameter values.....	165
Tableau 17 : Tableau comparatif des différents procédés pour l'étude de la déshydratation des boues.....	191

Introduction Générale

I. Introduction

En 2012, la France compte 65,3 millions d'habitants [1]¹ qui se partagent 24 millions d'abonnements au réseau d'eau potable. La majorité des installations est reliée au traitement collectif des eaux usées, en effet seul 15% des logements disposent d'un assainissement autonome, soit 5 millions de foyers en 2008 [2]. Les communes doivent ensuite collecter et traiter les eaux usées provenant des ménages et des entreprises autorisées à rejeter dans le réseau collectif (Code général des collectivités territoriales - Article L2224-8). Ces eaux usées représentent une charge de 76 millions d'Equivalents-Habitants (EH), traitées dans 19500 stations de traitement des eaux usées. L'ensemble des stations représente une capacité de traitement de 98 millions d'EH [2].

Le traitement des eaux usées va induire la production d'une grande quantité de boues résiduelles (boues secondaires ou mixtes composées de boues primaires, secondaires et éventuellement tertiaires). En effet, une moyenne de 15 kg de matière sèche de boue est produite chaque année par habitant en France [3], ce qui représente environ un million de tonnes de matière sèche produites sur l'ensemble du territoire en 2012. Cependant, ces boues sont produites sous forme de boues liquides contenant environ 99% d'eau en sortie du clarificateur secondaire ou de décanteur primaire. Ainsi, avant traitement dans la filière boue, la quantité de boues produites avoisine 100 millions de tonnes.

Les boues ne peuvent plus être mises en décharge, sort réservé aux déchets dit « ultimes » (Loi n°92-646 du 13 juillet 1992 relative à l'élimination des déchets). En 2008, 47 % des boues ont été épandues, 26% compostées, 19% incinérées et 8% ont été mises en décharge [4]. La première étape de la filière de traitement des boues consiste en général en un épaissement qui peut porter la siccité de ces dernières à 5% au maximum. Cependant, à l'état liquide, ces boues sont encore difficilement manipulables et stockables, leur transport est onéreux. Elles peuvent donc être utilisées uniquement à proximité des stations à la manière des lisiers. Ainsi, si pour de petites stations (inférieure à 5000EH), un épandage direct des

¹ Les références bibliographiques de l'introduction sont reportées avec les références bibliographiques du premier chapitre, page 90

boes liquides peut être pratiqué, pour celles de taille importante, il est nécessaire de traiter ces boes pour notamment en réduire le volume en les déshydratant.

Ces stations, même si elles représentent seulement 6% des stations existantes (station de plus de 10000EH), sont de grosses structures qui traitent 81% des eaux usées (Figure 1) et produisent donc l'essentiel des boes d'épurations en France.

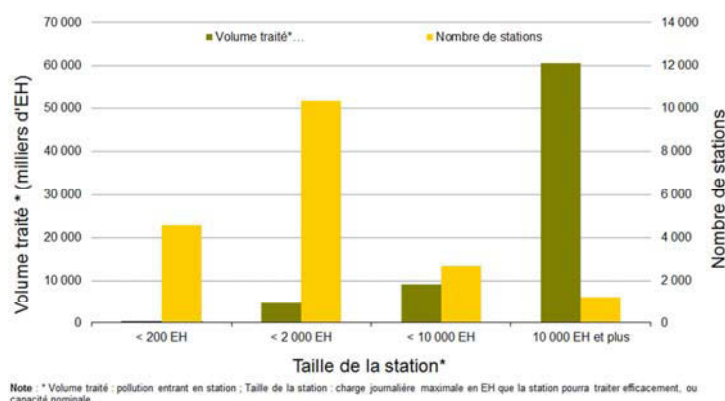


Figure 1 : Volume traité et nombre de stations d'épuration en fonction de la taille de la station en 2008 (Ministère de l'écologie, du développement durable et de l'énergie)

Différents procédés de déshydratation mécanique sont mis en œuvre pour déshydrater les boes. Les trois principaux sont les filtres à bandes, les centrifugeuses et les filtres-presses. Leurs fréquences d'utilisation respectives en France sont présentées Figure 2 par rapport au nombre de stations (figure de gauche) et de production de boue traitée (figure de droite).

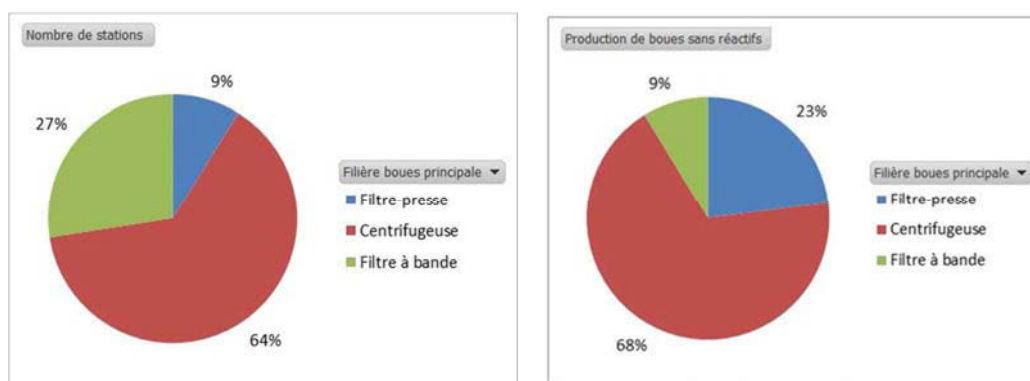


Figure 2 : Fréquence d'utilisation des différents procédés de déshydratation mécanique (à gauche, en % des stations équipées d'un dispositif de déshydratation mécanique ; à droite, en % de la production de boue (en MS) déshydratée mécaniquement (Source : Analyse des données du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie ; Portail d'information sur l'assainissement communal ; données de 2012)

La centrifugation est le procédé le plus utilisé. Cependant, la destination finale des boes influence le procédé de déshydratation utilisé (Figure 3). Les boes issues du procédé de

centrifugation sont moins couramment valorisées en épandage direct que celles issues des filtres-presses du fait de la nécessité de stockage et de stabilisation que requiert souvent cette voie de valorisation. Cependant, cette analyse doit être modérée au regard de la prédominance des centrifugeuses en tant que procédé de déshydratation (en la prenant en compte, une quantité plus importante de boues centrifugées sont valorisées en épandage direct). Les filtres-presses sont essentiellement associés à des voies de valorisation nécessitant une siccité des boues élevée (épandage direct engendrant des obligations de stockage et incinération). D'autre part, comme le montre la Figure 4, la filière de déshydratation des boues dépend également de la taille de la station. Ainsi, si les filtres à bandes et les centrifugeuses prédominent pour les stations de moins de 10 000EH, pour celles de plus de 100 000EH, les filtres-presses sont utilisés pour déshydrater près du tiers des boues produites.

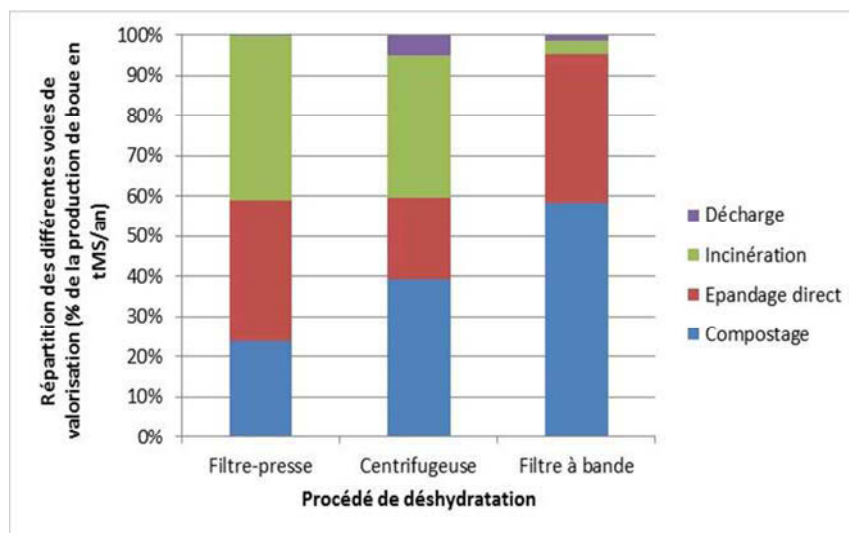


Figure 3 : Répartition des différentes voies d'élimination ou de valorisation en fonction des filières de déshydratation mécanique. (Source : Analyse des données du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie ; Portail d'information sur l'assainissement communal ; données de 2012)

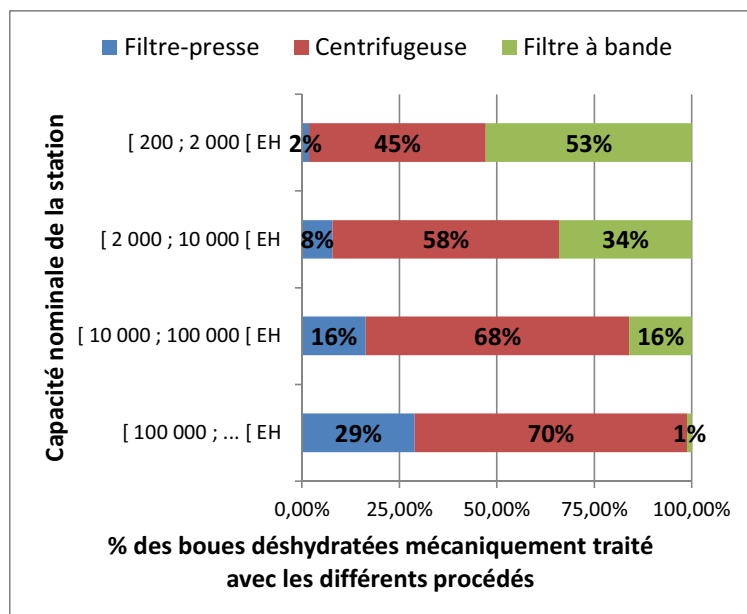


Figure 4 : Proportion des boues produites en France traitées avec les différents procédés de déshydratation mécanique en fonction de la taille des stations. (Source : Analyse des données du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Énergie ; Portail d'information sur l'assainissement communal ; données de 2012)

L'optimisation de ces procédés de déshydratation des boues répond à différents enjeux :

- Enjeux environnementaux : Comme le montre la Figure 5, la déshydratation des boues contribue sensiblement à l'impact de la filière boue dans son ensemble (dans l'exemple présenté ici, il s'agit de la succession des étapes suivantes : épaissement, digestion anaérobie, déshydratation, stockage, épandage) sur l'environnement. Optimiser le procédé permet de diminuer l'impact environnemental du poste de déshydratation, mais aussi des étapes en aval comme l'épandage en réduisant les volumes à transporter et à épandre par exemple.

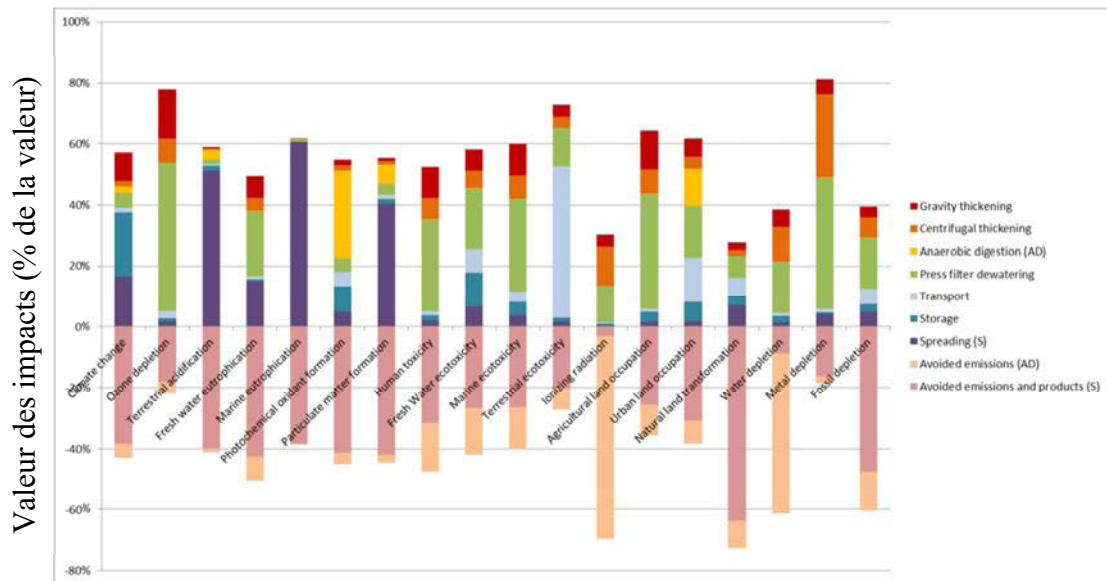


Figure 5 : Impacts environnementaux liés à la filière boue (Source : Rapport de stage de fin étude de Claire Gourdet : « Evaluation des performances environnementales des procédés de traitement des boues d'épuration par l'Analyse du Cycle de Vie »)

- Enjeux économiques : La réduction des volumes permet de diminuer les coûts liés notamment au stockage et au transport.
- Enjeux sociaux : La déshydratation peut être couplée à un conditionnement incluant un chaulage ce qui stabilise les boues (réductions des odeurs à l'épandage et au stockage) et les hygiénise.
- Enjeux techniques : La réduction de la teneur en eau va faciliter la manutention des boues en les rendant « pelletables », mais aussi permettre de diminuer l'encombrement lié au stockage, et de faciliter leur transport. Une déshydratation amenant la boue à une siccité d'au moins 18% est par exemple nécessaire pour qu'elle tienne en tas [5].

II. Définition de la problématique

La performance d'un procédé de déshydratation regroupe différents critères :

- La siccité de la boue déshydratée
- La cinétique de déshydratation
- La consommation de réactifs nécessaire au conditionnement
- La composition des filtrats ou concentrats qui constituent des retours en tête.

Ces performances de déshydratation varient selon le procédé utilisé, et le conditionnement associé. Cependant, même pour un procédé de déshydratation et un type de boue identiques, les performances observées sont variables d'une station à une autre, Ainsi, la Figure 6 présente la diaspora des performances en matière de siccité de la boue déshydratée observée sur 15 stations produisant des boues biologiques et les déshydratant avec des filtres-presses à conditionnement organo-minéral (chlorure ferrique + polymère.)

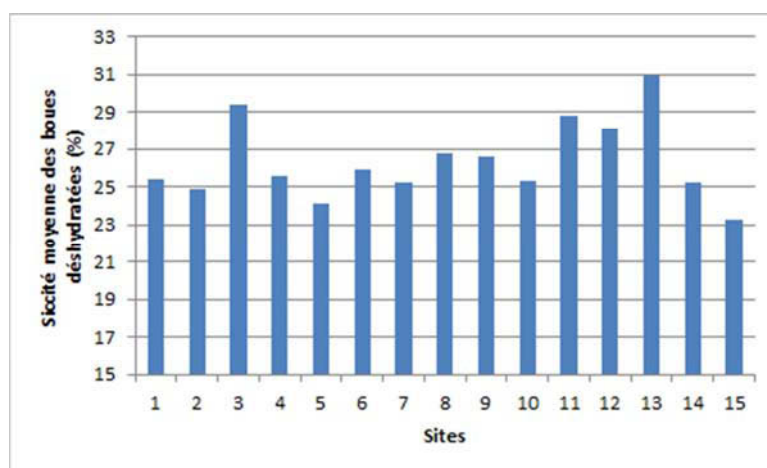


Figure 6 : Siccité des boues déshydratées en filtre-presses avec conditionnement polymère sur 15 sites différents (rapports de bilans annuels de campagne de valorisation des boues disponibles complété par l'acquisition de données auprès des exploitants)

Les raisons de cette variabilité des performances observée sont encore mal comprises notamment parce que les processus de déshydratation sont encore mal connus. La plupart des études disponibles ont été réalisées en cellule de filtration-compression (CFC), procédé très éloigné de la réalité industrielle. En effet, en CFC, une filtration frontale est mise en œuvre. Le filtrat y est donc extrait dans la même direction que la force appliquée, contrairement à ce qui est mis en œuvre dans les filtres-presses industriels au sein desquels une filtration tangentielle a lieu, i.e. que le filtrat est extrait perpendiculairement à la force appliquée. Les mécanismes de déshydratation ne sont donc pas les mêmes, les résultats sont donc

difficilement transposables en vue d'une optimisation industrielle. Ainsi, afin de mieux maîtriser les performances des unités de déshydratation, cette thèse a pour objectif de mieux comprendre :

- Les facteurs de contrôle des performances de déshydratation liés aux paramètres du procédé de déshydratation
- Les facteurs de contrôle des performances de déshydratation liés aux caractéristiques de boues (physico-chimiques) qui dépendent des procédés de traitement des boues (digestion, stockage,...)

Pour ce faire, ce travail se focalise sur un des procédés de déshydratation mécanique les plus courants : les filtres-presses. D'un point de vue scientifique, le but de cette thèse est donc de comprendre comment les facteurs de contrôle mentionnés précédemment impactent les processus mis en œuvre lors de la filtration tangentielle des boues. D'un point de vue opérationnel, les résultats devront permettre l'identification de voies d'optimisation transposables à une échelle industrielle, à l'échelle du procédé ou de la filière de traitement des boues.

III. Plan de thèse

A la suite de ce chapitre introductif, un état des connaissances est réalisé en considérant les différentes problématiques abordées au cours de ce travail. Ainsi, après une description des caractéristiques des boues et des principaux procédés de déshydratation mis en œuvre, un état de l'art sur l'impact des paramètres opératoires sur les performances des filtres-presses est réalisé. Ensuite, une synthèse bibliographique concernant l'impact des propriétés des boues est mentionnée. Pour conclure ce chapitre, les principales questions de recherche auxquelles s'intéresse cette thèse sont définies.

Ensuite, les méthodes mises en œuvre et les résultats obtenus au cours de cette thèse sont présentés au travers de trois articles scientifiques qui synthétisent les trois phases qui ont guidé ce travail (voir Figure 7) :

- Phase 1 : approche « procédé », l'impact des paramètres opératoires sur les performances de déshydratation est étudié.
- Phase 2 : approche « produit », l'impact des caractéristiques des boues sur les performances de déshydratation est étudié.

- Phase 3 : approche numérique, les résultats des deux premières phases sont couplés avec la littérature afin de développer un modèle numérique permettant de simuler la déshydratation mécanique des boues en filtre-presse.

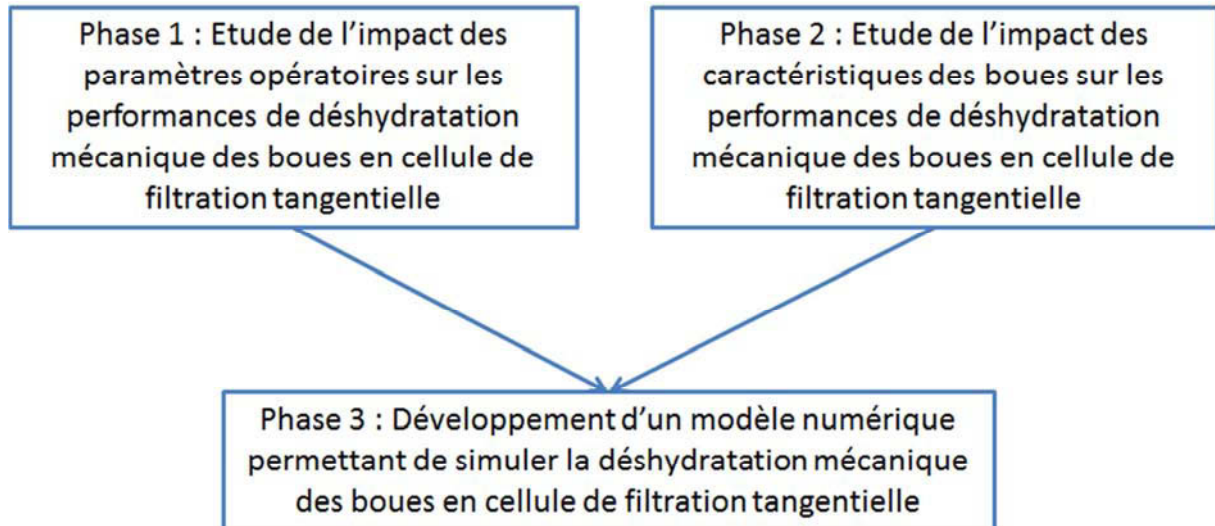


Figure 7 : Architecture du travail de thèse proposé.

Premier chapitre : Etat de l'art

I. Origine et caractéristiques des boues

1. Origine et composition

Selon les procédés de traitement mis en œuvre sur la filière « eau » de la station, toutes les boues n'ont pas la même composition, ni les mêmes propriétés. Leur comportement diffère donc pendant la phase de déshydratation. Un inventaire des principales sources de boues d'épuration est donc d'abord réalisé. Il se concentrera sur les filières dites « boues activées » qui représentent l'essentiel de la production de boues en France.

a. Origine de la production de boues

Les boues sont essentiellement issues du traitement collectif des eaux usées en stations d'épuration. Toutes les stations n'utilisent pas les mêmes procédés, mais le fonctionnement le plus courant d'une station d'épuration des eaux résiduaires urbaines peut être schématisé comme proposé sur la Figure 8.

Les eaux usées arrivant en station subissent différents prétraitements : elles passent au travers de grilles de plus en plus fines, afin d'éliminer les matières grossières. Elles sont ensuite acheminées vers des bassins où la vitesse d'écoulement est réduite. Le sable se dépose au fond des bassins (dont il est extrait par pompage), les graisses remontent à la surface, (les graisses sont raclées en surface pour être évacuées). Ces prétraitements permettent d'enlever de l'eau les éléments grossiers (dégrillage), les sables de dimension supérieure à 200 microns (dessablage) et 80 à 90 % des graisses et matières flottantes, soit 30 à 40% des graisses totales (déchuilage) [3].

Certaines stations disposent d'un traitement primaire. Ce premier traitement physique permet d'éliminer par décantation une partie des matières en suspension. La charge polluante dissoute n'est pas traitée. Le processus principal est la décantation avec, éventuellement, ajout de coagulant-floculant pour permettre l'élimination de matières colloïdales. Cette étape produit des boues dites primaires. L'eau est dirigée vers un traitement dit secondaire.

Les eaux usées sont ensuite transférées dans le bassin biologique pour le traitement secondaire ou « biologique » : des bactéries en suspension assimilent les polluants dissous dans l'eau (dégradation hétérotrophe du carbone dissous et nitrification/dénitrification pour le traitement de l'azote). Un apport d'oxygène est nécessaire pour permettre la dégradation hétérotrophe aérobie du carbone et la nitrification. La présence de zones ou de périodes d'anoxie est

nécessaire à la dénitrification. L'eau et la suspension bactérienne produite, ou boues biologiques, sont ensuite transférées dans un clarificateur pour y être séparées. Une partie des boues est réintroduite dans le bassin biologique afin d'y maintenir une concentration en boues suffisante au regard des performances attendues. Le reste des boues est dirigé vers l'unité de traitement des boues, on parle de boues secondaires. Si la station possède une unité de traitement primaire, les boues secondaires sont mélangées aux boues primaires pour former les boues mixtes. Les boues mixtes peuvent également être digérées dans un méthaniseur, afin de produire du biogaz [6].

Selon le type d'installations, des boues secondaires, mixtes ou digérées peuvent être dirigées vers l'unité de déshydratation des boues.

L'eau clarifiée est soit rejetée dans le milieu naturel, soit dirigée vers une unité de traitement tertiaire. Cette dernière n'est pas systématiquement présente et peut être directement intégrée au traitement secondaire.

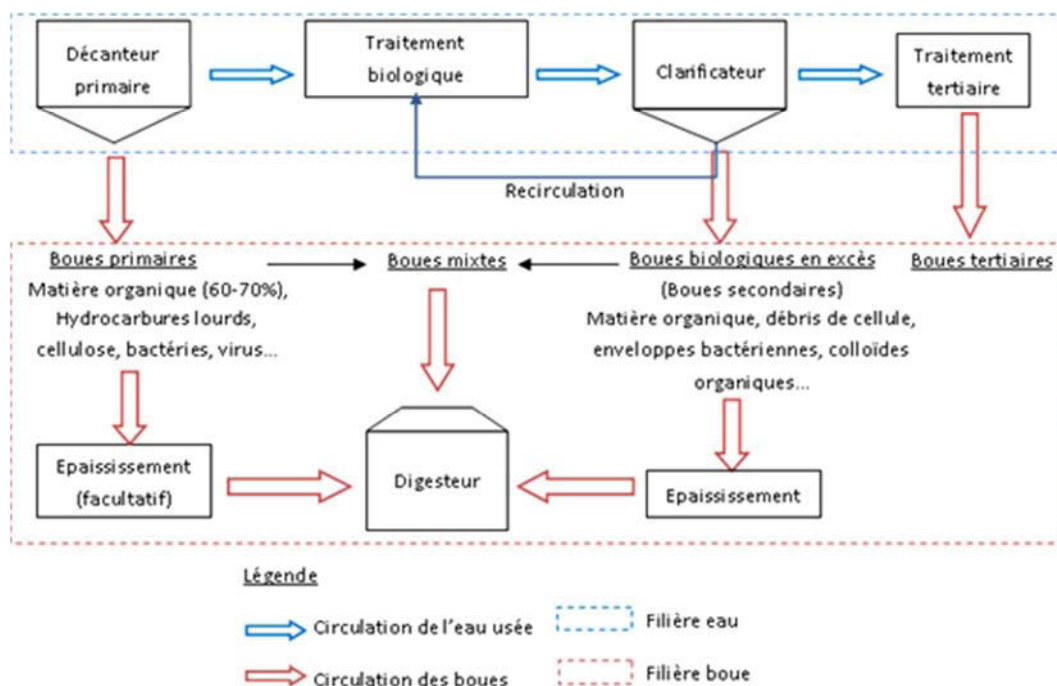


Figure 8 : Schémas d'une station d'épuration à boues activées

b. Les boues primaires

Les boues primaires sont issues de la décantation des particules en suspension présentes dans les eaux une fois les prétraitements effectués, et sont composées de matières minérales et organiques [7]. Les décanteurs primaires permettent d'éliminer environ 60% des particules en

suspension, ce qui diminue fortement la concentration en matières en suspensions des eaux avant le traitement secondaire ([8-9]).

Les boues primaires sont constituées d'éléments en suspension de densité supérieure à celle de l'eau. La composition de ces boues est directement liée au type de réseau d'assainissement. En effet, les boues issues d'un réseau unitaire seront plus chargées en métaux, provenant du ruissellement des eaux de pluie, que des boues provenant d'un réseau séparatif [8].

Des auteurs remarquent que les boues primaires contiennent plus de micropolluants que les boues secondaires (métaux, résidus pharmaceutiques). Cependant, ils comparent les boues primaires et secondaires sur une même station ([10-12]). Ainsi, les polluants accumulés dans les boues primaires ne peuvent plus l'être dans les boues secondaires. Dans les stations ne possédant pas de traitement primaire, les polluants pourraient donc être présents en plus forte concentration dans les boues secondaires.

Ces boues ne sont pas stabilisées et généralement très fermentescibles ([13-14]). Elles sont classiquement mélangées aux boues secondaires, formant des boues mixtes, avant d'être digérées.

c. Les boues secondaires

Le traitement secondaire consiste en deux étapes successives réalisées dans deux bassins différents : le réacteur biologique et le clarificateur. Une représentation schématique des installations est donnée sur la Figure 9.

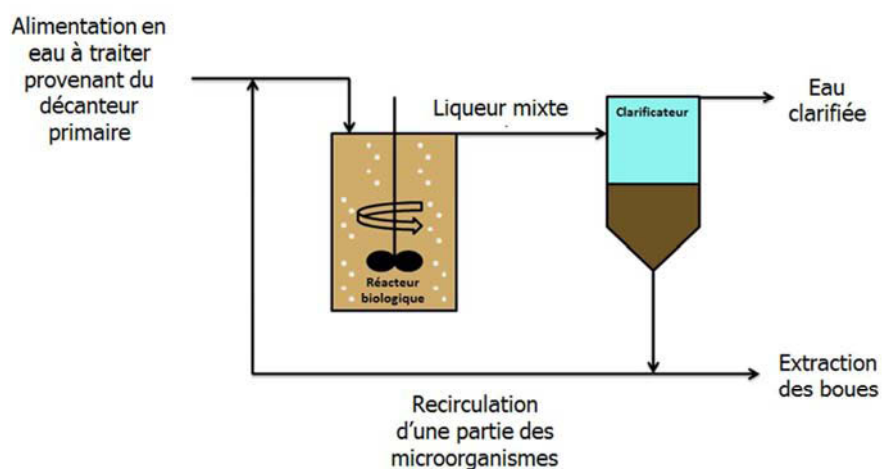


Figure 9 : Schéma des installations du traitement secondaire en station d'épuration

Le réacteur biologique ou bassin aéré est le dispositif de la station d'épuration dans lequel la biomasse, c'est-à-dire les microorganismes épurateurs, assimilent les éléments nutritifs (matières organiques biodégradables et composés azotés principalement) présents dans l'eau à traiter. Un agitateur brasse le contenu du bassin afin de garantir une bonne mise en contact de la biomasse avec les éléments nutritifs et éviter une décantation des microorganismes. L'aération amène également de l'oxygène nécessaire aux métabolismes aérobie.

L'épuration biologique consiste en de nombreuses réactions chimiques et mécanismes microbiens qui peuvent être intra- et exo-cellulaires.

Le clarificateur ou décanteur secondaire reçoit le mélange eau traitée/boues biologiques issu du bassin biologique. Les microorganismes étant à haute concentration, un phénomène de biofloculation se produit et les floes obtenus sont de densité supérieure à celle de l'eau. L'eau clarifiée, surnageante, est évacuée par un dispositif de débordement. Les bactéries floculées décantent dans le fond du bassin. Une partie est purgée et envoyée vers la filière de traitement des boues. Une autre partie est recirculée vers le réacteur biologique afin d'y garantir une concentration suffisante en microorganismes et un âge de boue suffisant.

Les boues extraites constituent les boues secondaires, également appelées boues biologiques, et sont essentiellement composées de résidus de bactéries cultivées pour digérer la charge polluante [3]. Ces boues biologiques possèdent un pouvoir fermentescible variable, dépendant des conditions du procédé [8].

d. Les boues digérées

Les boues digérées, ou digestats, sont issus de la méthanisation des boues mixtes. Ce procédé conduit à la production de boues digérées (digestats), partiellement stabilisées, plus ou moins liquides, notamment selon la teneur en eau des boues introduites dans le méthaniseur [15] et du biogaz, mélange gazeux saturé en eau à la sortie du digesteur et composé d'environ 50% à 70% de méthane (CH_4), de 20% à 50% de gaz carbonique (CO_2) et de quelques gaz traces (NH_3 , N_2 , H_2S) [3].

Au cours de la digestion, les matières organiques biodégradables en conditions anaérobies subissent les 4 réactions biologiques successives suivantes (Figure 10):

- 1) **L'hydrolyse** : les bactéries hydrolytiques produisent des enzymes capables d'hydrolyser les molécules complexes comme les polysaccharides, les protéines, et les lipides en molécules simples, solubles, capables d'être transportées à travers la paroi cellulaire pour être par la suite dégradées à l'intérieur de la bactérie [16, 17]
- 2) **L'acidogénèse** : les bactéries acidogènes et fermentatives dégradent les composés produits par l'étape d'hydrolyse. Les monomères sont transformés en acides organiques [18].
- 3) **L'acétogénèse** : les acides organiques comprenant une chaîne carbonée supérieure à deux carbones et certains alcools (butyrate, propionate, éthanol...) sont transformés en acétate, H₂ et CO₂ principalement par les bactéries acétogènes [18]. Leur activité dépend de la concentration en hydrogène dans le milieu.
- 4) **La méthanogénèse** : les produits de l'acétogénèse sont convertis en CO₂ et CH₄ par les microorganismes méthanogènes selon deux voies possibles (acétoclastique et hydrogénotrophe).

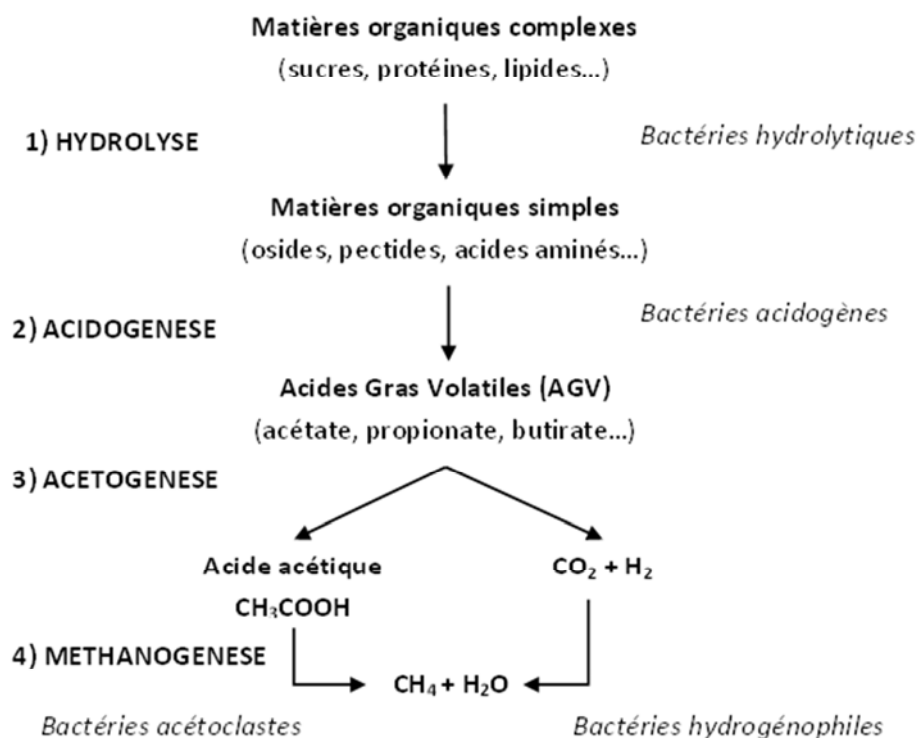


Figure 10 : Schéma des différentes réactions biologiques se produisant dans le digesteur.

e. Les autres boues

Il existe également des boues physico-chimiques. Les matières organiques particulières ou colloïdales contenues dans les eaux usées sont agglomérées par addition d'un réactif coagulant (sels de fer ou d'aluminium), ce qui permet d'extraire jusqu'à 90% des matières en suspension (MES) des eaux usées vers les boues physico-chimiques. Séparées par décantation, les boues obtenues renferment une partie importante de sels minéraux issus des eaux brutes et de l'agent coagulant. Les traitements physico-chimiques sont adaptés aux variations de populations très grandes sur une courte période [3].

Des boues tertiaires peuvent également être produites. Elles proviennent des étapes de traitement tertiaire, permettant d'affiner l'épuration de l'eau traitée issue du traitement biologique [7].

f. Récapitulatif

Selon les procédés de traitement des eaux usées, différents types de boues sont produits. La majorité des stations produisent uniquement des boues activées, qui pourront être digérées, mélangées à une boue primaire si la station est équipée d'un décanteur primaire, ou dirigées directement vers la filière de traitement des boues.

En France, l'essentiel des boues à déshydrater sont donc des boues biologiques, et dans une proportion moindre, des digestats.

2. Composition et structure des boues

Les boues sont des matériaux dont la structure peut évoluer du fait des processus de dégradations biologiques mis en œuvre et des contraintes mécaniques auxquelles elle a été soumise. En particulier, elles sont dites thixotropes (leur viscosité diminue dans le temps sous une vitesse de cisaillement constante de manière réversible) [19], c'est-à-dire que leur structure évolue de manière irréversible sous cisaillement [20-21].

L'analyse qui suit se concentrera sur les boues biologiques et digérées. Elle détaillera d'abord la composition et la structuration des boues avec une attention particulière sur le rôle des exopolymères. Ensuite, les différents états de l'eau contenue dans les boues seront abordés.

a. Composition des matières en suspensions des boues

Les matières sèches présentes dans la boue peuvent être divisées en trois catégories [6] :

- Les matières en suspension ou MES de $5\mu\text{m}$ à 1cm (le sable, les débris organiques..) ;
- Les matières colloïdales : de $0,01$ à $5\mu\text{m}$ (les bactéries, les argiles,...) ;
- Les matières dissoutes (les matières organiques, les sels,...).

Les deux premiers types de composés sont responsables de la turbidité de l'eau résiduaire et les deux derniers, de la couleur plus ou moins foncée.

Il est possible de discriminer ces composés [6] :

- en une catégorie décantable, c'est-à-dire dont le temps de décantation sur un mètre de hauteur est inférieur à deux heures
- en une catégorie non décantable, les colloïdes, dont le temps de décantation est supérieur à 2 heures.

Le diamètre limite de décantabilité est donc fixé à $10\mu\text{m}$ dans l'eau.

La loi de Stokes définit, par bilan de forces sur une particule isolée et supposée sphérique, dans un écoulement laminaire, la vitesse de chute dans le fluide ou vitesse de décantation. Les colloïdes constitutifs de la boue possèdent de très petits diamètres. Leur surface spécifique est donc très importante, ce qui les rend très stables dans l'eau. Leur vitesse de chute est donc très faible et elles sont non décantables naturellement.

(i) Les boues secondaires

En sortie de clarificateur, les boues biologiques sont principalement composées d'eau (environ 99%), mais contiennent également des matières minérales et des floccs microbiens, eux-mêmes composés principalement de bactéries et de leur matrice polymères exocellulaires solubles (EPS), mais aussi de champignons et protozoaires [22]. Les bactéries sont les micro-organismes majoritairement responsables de l'épuration des eaux. Elles dégradent les polluants et produisent des polymères exocellulaires impliqués dans la biofloculation des boues activées [23]. Ils sont majoritairement organiques (70 à 81% de la masse de leur matière sèche), mais comportent une part non négligeable de calcium et de phosphore (respectivement 50 à 60% et 10 à 30% de la matière minérale) tandis que divers métaux (Al, Co, Mn, Ni et Zn) sont uniquement présents sous forme de trace [24].

Urbain et al. [23] ont conceptualisé la structuration d'un floc de boue activée (Figure 11). La surface des bactéries et de la matrice d'EPS procure aux floccs une majorité de sites d'adsorption négatifs, même si des sites d'adsorption positifs existent. Les cations divalents tels que le calcium ou le magnésium permettent donc la formation d'agrégats stables grâce à des interactions électrostatiques.

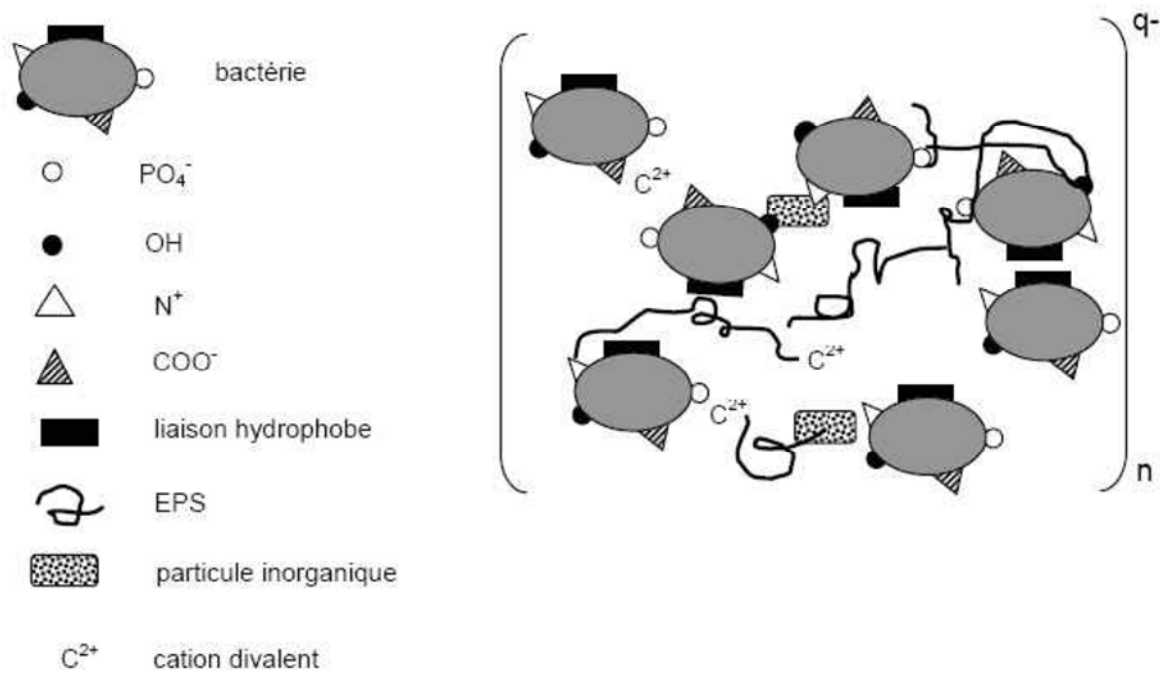


Figure 11 : Schémas d'un floc de boue activée [23]

Différents auteurs se sont intéressés à la structure même des floccs en couplant sonication et granulométrie laser [22], par des mesures de dimension fractale ([25-28]), et par microscopie ([29-30]). Ils mettent en évidence une structuration par bioflocculation en trois niveaux représentée Figure 12 : les particules primaires se regroupent d'abord en microflocs, ces grappes de 2,5 µm environ forment ensuite des agrégats d'environ 13 µm qui liés entre eux par les exopolymères forment des floccs d'environ 125µm de diamètre. Les interactions en jeu sont des liaisons relativement faibles : liaisons hydrogène et liaisons de Van Der Waals.

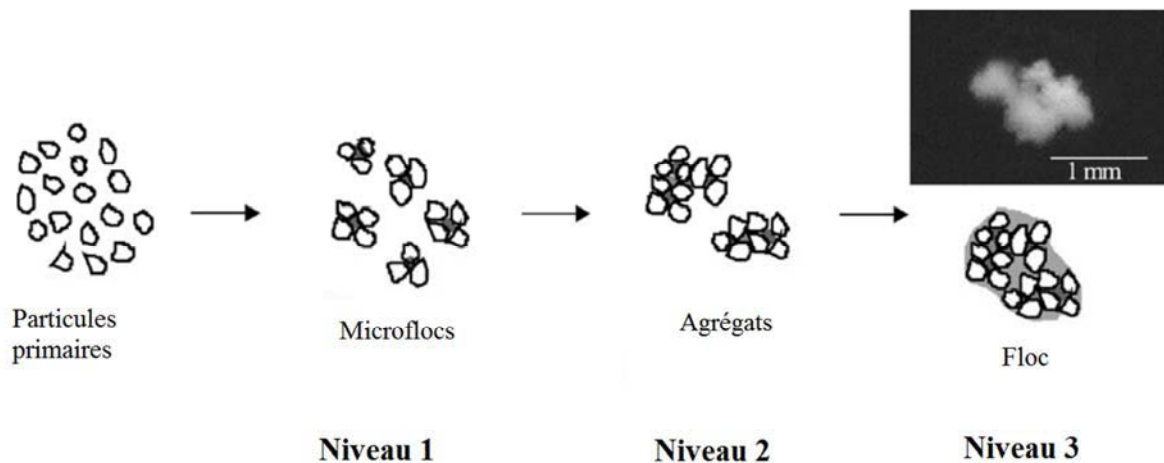


Figure 12 : La structure en 3 niveaux des flocs de boue activée [28]

(ii) *Les digestats*

Lors de la digestion, le taux de matière organique des boues diminue du fait de la transformation de la matière organique en biogaz [31]. Selon Lawler [32], lorsque la digestion se déroule correctement, les particules de toutes tailles sont détruites dans les mêmes proportions, cependant, une mauvaise digestion entraîne la destruction des grosses particules en petites particules fines.

Feitz et al. [31] observent également que la digestion anaérobie augmente la proportion de fines, et notamment de colloïdes ($< 10 \mu\text{m}$) de la boue introduite dans le réacteur. Lawler [32] a étudié l'impact de la digestion anaérobie sur le temps de succion capillaire (CST) des boues, et montre que cet indicateur dépend plus des paramètres du digesteur (temps de séjour, concentration initiale en solide et ratio boue primaire/boue secondaire) que de la digestion elle-même.

Baudez et al. [33] se sont intéressés au comportement mécanique des boues digérées. Ils ont montré que le comportement mécanique des digestats s'apparente à celui d'une émulsion (à la différence des boues biologiques qui se comportent plus comme une suspension), ce qui implique une modification des interactions entre les particules de boue et l'eau du fait du processus de digestion.

b. La matrice d'exopolymères

Bien que l'unité structurale du floc soit la bactérie, cette dernière ne représente environ que 15 à 25% de la composition totale de la MO, le reste étant occupé par les EPS, les nutriments, et

l'eau. Ainsi, la matière organique des floccs des boues activées renferme de 40 à 60% d'EPS [34].

(i) Définition

D'après Houghton et al [37], les EPS sont produites par des bactéries présentes dans l'eau, et sont soit dissous, soit physiquement liés à la cellule bactérienne. Ils constituent une matrice contenant environ 98% d'eau et évite la déshydratation des cellules bactériennes dans les conditions environnementales auxquelles elles sont confrontées.

Selon Wigender et al. [38], les EPS peuvent avoir 2 origines :

- Être le résultat de la sécrétion de composés au cours du métabolisme cellulaire, de la perte de matériel venant de la paroi cellulaire, et de la lyse cellulaire.
- Résulter de l'adsorption de composés apportés par les eaux usées (cellulose, acides humiques...)

Par définition, les EPS se situent à l'extérieur des cellules bactériennes. Cependant, plusieurs auteurs proposent un concept plus nuancé [34, 24]. En effet, dans la plupart des cas, les EPS sont liés à la matière solide, et sont alors dit insolubles. Or, cette liaison n'est pas toujours totale, les EPS peuvent alors être divisés en 2 sous catégories distinctes :

- Les EPS dit « liés » qui entourent la cellule bactérienne, et y sont parfois même attachés,
- Les EPS dit « solubles », qui eux, sont libérés des micro-organismes et peuvent être considérés comme libre dans le milieu interstitiel.

(ii) Composition des EPS

La composition des EPS dans les boues peut varier significativement d'une boue à l'autre, en fonction de son origine et de sa composition. Cependant il a pu être montré que les EPS étaient composés principalement de protéines et de polysaccharides (sucres), mais également de substances humiques, ou encore d'acides nucléiques [36].

Les protéines sont très souvent des polymères d'acides aminés ou bien des exoenzymes présents dans le liquide interstitiel des floccs [39].

Les polysaccharides sont essentiellement constitués par des hexoses, des sucres aminés, des pentoses et des acides uroniques [40].

Selon Wilen et al. [41], Frolund et al [36], Urbain et al. [23], Bura et al. [42], Dignac et al. [40], les protéines représenteraient à elles seules environ 43% de la quantité totale des EPS présents dans la boue (EPS extraits plus EPS libres dans le système), les substances humiques 15 à 42% des EPS, et les carbohydrates (polysaccharides) 10% à 18% des EPS.

c. Etats de l'eau dans les boues

Les molécules d'eau entourant une particule de matière en suspension dans une boue peuvent être divisées en quatre types distincts en fonction de leur liaison avec les matières en suspension [43]. La Figure 13 représente un grain de matière en suspension entouré de ces différents types d'eau :

- L'eau libre

Elle représente la part la plus importante dans la boue liquide. Elle ne subit pas l'influence des particules solides en suspension, et de la force de capillarité [43]. Elle est donc relativement facile à évacuer, soit par drainage, épaissement, ou bien par déshydratation mécanique.

L'eau liée se présente quant à elle sous 3 catégories :

- L'eau interstitielle

Selon Raynaud [8], il s'agit d'eau emprisonnée entre les espaces interstitiels des floes, ou retenue à l'intérieur. Cette eau peut devenir libre suite à la destruction de ces entités.

- L'eau vicinale

L'eau vicinale est constituée de plusieurs couches d'eau, qui sont liées à la surface des particules solides par des liaisons hydrogènes. Son comportement en déshydratation est donc différent de celui de l'eau interstitielle, qui est libre de migrer dans le système après l'élimination du confinement physique [8]. Certains auteurs la qualifient d'eau liée physiquement [44].

- L'eau d'hydratation

L'eau d'hydratation est liée chimiquement aux molécules et nécessite de très fortes dépenses en énergie pour être extraite. Elle constitue donc un facteur limitant pour la déshydratation mécanique des boues [44].

A noter que la catégorisation précise et les techniques de mesure des types de liaisons de l'humidité dans la boue est un sujet encore peu standardisé.

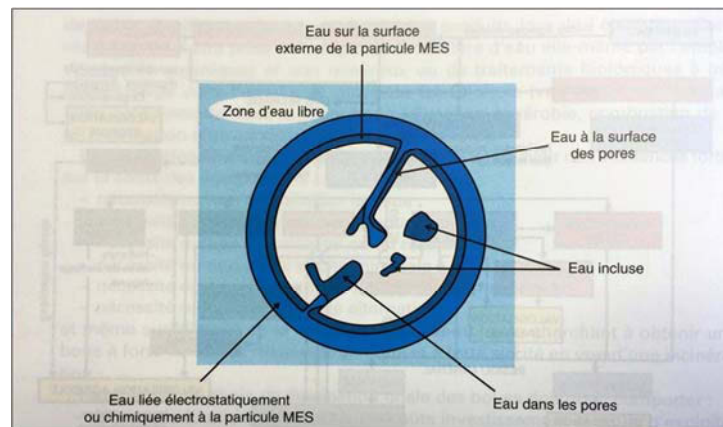


Figure 13 : Représentation schématique d'une particule en suspension boueuse [6].

Turchiuli & Fargues [28] associent chaque niveau de la structure des floccs à un type d'eau, classé par Vesilind [45] : les particules primaires baignent dans l'eau libre, les microflocs sont associés à de l'eau vicinale, ou eau liée physiquement tandis que la formation des agrégats puis des floccs piège de l'eau interstitielle, pouvant être libérés par destruction de ces entités.

Les EPS sont aussi responsables de l'emprisonnement de l'eau au sein de la matrice polymérique. Cette eau, liée physiquement ou chimiquement, devient alors très difficile à extraire lors de la déshydratation.

Lors de la déshydratation mécanique, l'eau libre est extraite de la suspension de matières en suspension ainsi qu'une petite quantité des eaux interstitielle et vicinale.

3. Processus de conditionnement et impact sur les propriétés des boues

Un conditionnement est nécessaire avant de procéder à la déshydratation mécanique afin de permettre la déshydratation et, le cas échéant, d'augmenter les performances de déshydratation. Pour cela, il est nécessaire de rompre la cohésion colloïdale des boues afin de diminuer la résistance à la filtration de la boue [6], c'est le processus de coagulation.

Les particules ainsi déstabilisées peuvent être grossies artificiellement en formant des amas de dimension supérieure à 10 μm , c'est la floculation [6].

Pour ce faire, différents types de réactifs sont utilisés qui peuvent être minéraux ou organiques (polyélectrolytes de synthèse).

a. Les réactifs minéraux

Les réactifs minéraux principalement utilisés sont le chlorure ferrique et la chaux. Le premier sert à coaguler les colloïdes en suspensions dans la boue, ce qui diminue la résistance spécifique à la filtration (résistance à l'écoulement d'1 kg de gâteau sur 1 m^2 de toile ou RSF) de cette dernière.

La coagulation est en fait un mécanisme de déstabilisation des colloïdes constitutifs de la boue. En effet, deux forces, de sens opposé s'exercent entre deux corps s'approchant :

- La force d'attraction de Van der Waals notée F_A , tendant à rapprocher les deux particules.
- La force de répulsion électrostatique, notée F_R , tendant à séparer les deux particules de même charge.

La résultante, notée F , subie par une particule est la somme de ces deux forces, soit $F = F_A + F_R$. Selon l'importance relative des forces d'attraction et de répulsion, F sera appliquée dans un sens ou dans l'autre. Comme le montre la Figure 14, un phénomène de répulsion se produit si $F_A < F_R$ (a) et d'agrégation si $F_A > F_R$ (b).

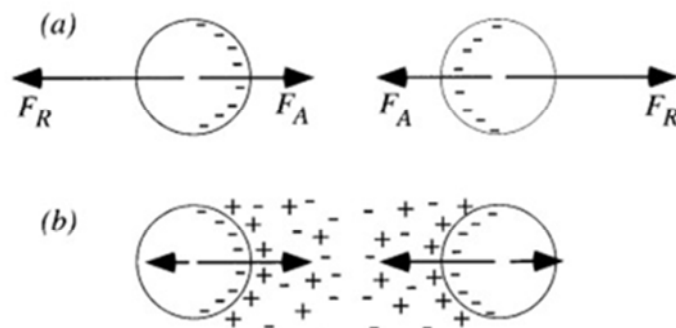


Figure 14 : Résultante des forces de répulsion et attraction entre deux particules[46]

La charge globale des particules colloïdales est négative dans des eaux non traitées. Par la théorie de la double couche, des contre-ions, de charge positive, permettent de contrebalancer la charge négative en formant une couche fixée autour du colloïde (voir Figure 15). Le potentiel résultant de la neutralisation des charges négatives par les contre-ions positifs, à la surface de la couche fixée, est le potentiel Zêta.

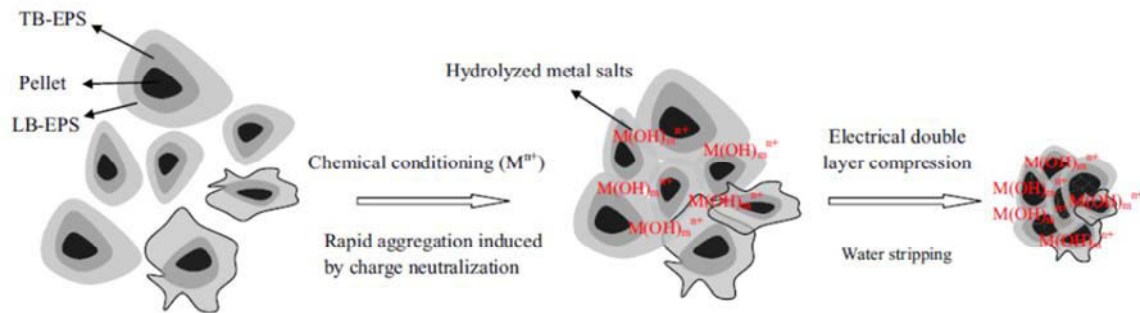


Figure 15 : Evolution de la structure physicochimique d'un floc de boue sous conditionnement chimique [47]

Afin de favoriser le rapprochement des particules colloïdales et déstabiliser la suspension, il est donc nécessaire d'introduire des contre-ions positifs. En pratique, ce sont des cations multivalents qui sont ajoutés dans la boue résiduaire. La dose de coagulant optimale permet de rendre le potentiel Zêta nul et ainsi de neutraliser la charge globale des particules du colloïde. De ce fait, la force de répulsion F_R , fonction des interactions électrostatiques entre les particules, devient inférieure à la force d'attraction de Van der Waals F_A , le phénomène d'agrégation est ainsi rendu possible par diminution de la valeur de F_R [47]. Le chlorure ferrique peut être remplacé par d'autres sels de fer ou d'aluminium, plus ou moins efficaces.

La chaux, quant à elle, précipite des sels de calcium favorables à la filtration, apporte une charge minérale dense et diminue la compressibilité du gâteau en formant un squelette structural [48]. Les réactifs minéraux, et plus particulièrement la chaux, sont plutôt adaptés à la déshydratation par filtres-presses. En effet, ils permettent la formation de petits flocs très résistants, limitant ainsi leur déstructuration sous l'effet de la pression.

b. Les polyélectrolytes de synthèse

Les polyélectrolytes de synthèse sont des polymères à longue chaîne, à base de polyacrylamides. Les polymères utilisés pour la floculation des boues sont généralement cationiques, et permettent l'obtention de gros floccs par formation de ponts électrostatiques entre les particules de boues [6].

Deux mécanismes entrent en jeu [51]. Le premier mécanisme est une action coagulante avec les charges négatives des particules de la boue. En effet, même avec ajout préalable d'un coagulant, la charge négative globale n'est pas totalement équilibrée par les contre-ions. Le second, dans le cas du polyélectrolyte cationique, est la liaison électrostatique des particules de matière à l'aide des longues chaînes polymériques du flocculant synthétique.

Le flocculant synthétique peut donc être utilisé seul ou en association avec un coagulant. En station d'épuration et dans la partie expérimentale de ce travail, cette seconde méthode est choisie.

Il existe un nombre important de polyélectrolytes. Des tests sont nécessaires pour choisir celui qui sera adapté au matériau à déshydrater ainsi qu'au procédé utilisé. Les polymères ramifiés permettent de reformer des floccs détruits au cours du procédé de déshydratation, du fait de la présence multiple de sites cationiques, et permettent d'augmenter la siccité des boues secondaires après déshydratation, mais ne semblent pas avoir d'impact sur la déshydratation des boues primaires [52].

II. Procédés de déshydratation industriels des boues

Le paragraphe suivant présentera d'abord le fonctionnement des principaux procédés de déshydratation mécanique utilisés. Leurs performances seront ensuite présentées et comparées.

1. Les centrifugeuses

a. Fonctionnement

Les centrifugeuses, ou décanteurs centrifuges à axe horizontal, permettent la séparation d'une phase solide et d'une phase liquide des boues préalablement conditionnées par des polymères de synthèse ([8, 53]). Elles utilisent le principe de la décantation, accéléré par la force centrifuge appliquée aux boues. Un schéma de principe des centrifugeuses est présenté Figure 16.

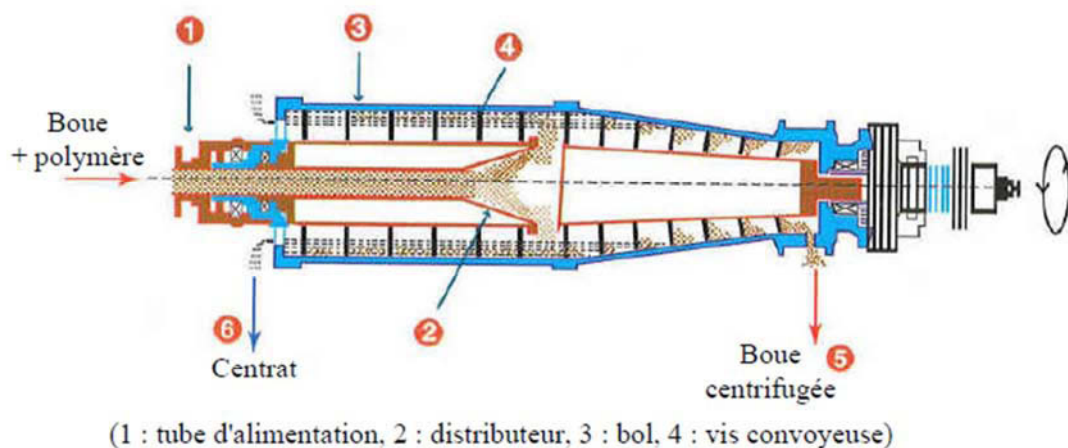


Figure 16 : Schéma d'un décanteur centrifuge à axe horizontal [8]

La boue conditionnée est introduite dans le bol via un tube d'alimentation et un distributeur. Le bol tournant à grande vitesse, la boue est mise en rotation. Sous l'effet de la force centrifuge générée par la mise en rotation de la boue, les matières en suspension, de densité supérieure à l'eau, sont plaquées contre la paroi tandis que le liquide, de densité moindre, va être accumulé vers le centre du bol. La boue est injectée en continu et comprime la boue déjà présente, augmentant ainsi sa siccité. Une vis sans fin, tournant à une vitesse légèrement différente de celle du bol va venir racler la boue déshydratée des parois du bol, et l'extraire à l'opposé du point d'écoulement du centrat. Si la différence de vitesse entre le bol et la vis est trop faible, le convoyage des boues déshydratées est insuffisant et celles-ci débordent et

sortiront avec le centrat. En revanche, si celle-ci est trop élevée, les boues ne seront pas suffisamment comprimées et auront une siccité trop faible [54].

b. Performances

Les centrifugeuses sont entièrement automatisées, n'utilisent pas de média filtrant, et leur coût d'achat est raisonnable. Cependant, les siccités finales obtenues ne sont pas très élevées (inférieures à 25%), et la tenue en tas des boues n'est pas très bonne comparée à d'autres procédés. Les coûts de fonctionnement sont élevés, en raison d'une forte consommation d'énergie et de polymères, et les pièces mobiles s'usent en présence de sable [3, 6, 8], un conditionnement minéral n'est donc pas possible. La maintenance est faible, mais spécifique, augmentant son coût.

2. Les filtres à bandes presseuses

a. Fonctionnement

Les filtres à bandes permettent de comprimer la boue entre deux bandes de toiles filtrantes. Un schéma de filtre à bandes est présenté Figure 17.

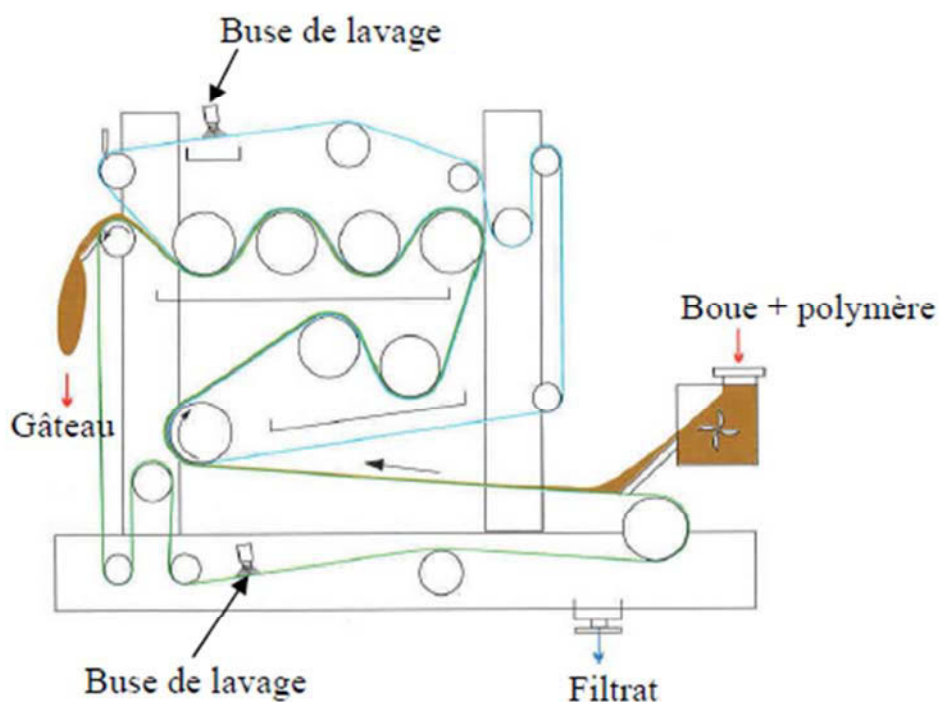


Figure 17 : Schémas d'un filtre à bande [8]

La boue conditionnée, égouttée ou non, arrive sur la bande pressante inférieure. Un premier rouleau vient plaquer la seconde bande pressante sur cette dernière. S'en suit une série de rouleaux, permettant d'augmenter progressivement la pression appliquée à la boue. Le nombre de rouleaux, leur diamètre et la largeur des toiles varie d'un filtre à l'autre. On classe ces filtres en trois catégories : les filtres basse pression (environ 3-4 bars), les filtres moyenne pression (environ 5 bars) et les filtres haute pression (environ 7 bars)[8-9].

b. Performances

Les filtres à bandes sont entièrement automatisés, mais le média filtrant doit être nettoyé régulièrement pour éviter tout colmatage de la toile (buses de lavage automatiques). Leur prix d'achat est raisonnable. Cependant, les siccités finales obtenues ne sont pas très élevées (inférieures à 20%). Les coûts de fonctionnement sont raisonnables, c'est en effet le procédé le moins énergivore. Son principal inconvénient réside dans la limitation de la pression appliquée. Si la pression est trop forte ou appliquée brusquement, la boue va fluer et s'échapper par le bord des toiles. Ce procédé est cependant applicable à la majorité des boues. [3, 6, 8].

3. Les filtres-presses

a. Fonctionnement

Les filtres-presses, ou filtres à plateaux mettent en œuvre la filtration sous pression des boues, puis le compactage des gâteaux formés. Le fonctionnement d'un filtre-presse est schématisé Figure 18, Figure 19 et Figure 20.

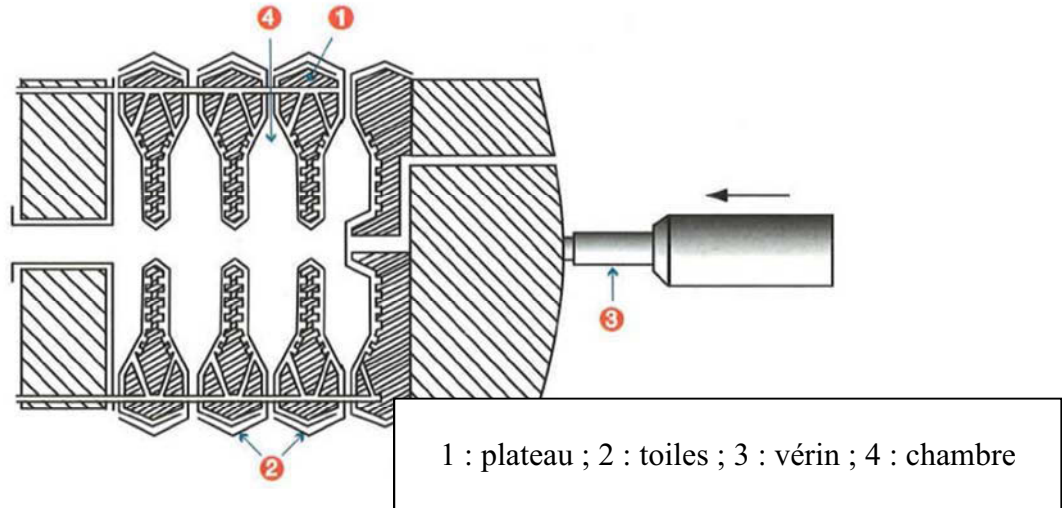


Figure 18. : Schémas d'un filtre-presse [8]

Comme le montre la Figure 17, des plateaux recouverts d'une toile filtrante sont plaqués les uns aux autres par l'intermédiaire d'un vérin, à une pression comprise entre 200 et 250 bars. Les plateaux ainsi placés forment des chambres de filtration.

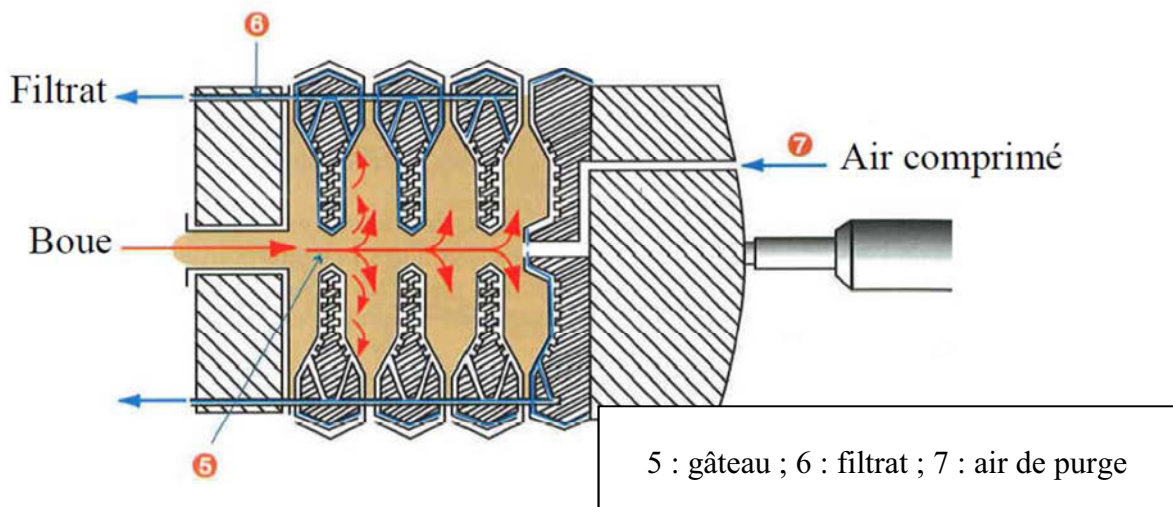


Figure 19 : Remplissage d'un filtre-presse [8]

Comme le montre la Figure 19, la boue préalablement conditionnée est injectée dans les chambres de filtration à l'aide d'une pompe volumétrique. L'accumulation de boues dans les chambres de filtration engendre une augmentation progressive de la pression. Généralement, le débit d'injection de boue diminue avec l'augmentation de la pression. Une fois la pression maximale atteinte, généralement environ 8 bars, la pression est maintenue constante pendant un temps donné. La filtration y est essentiellement tangentielle (pression appliquée perpendiculairement à l'écoulement de filtrat), il s'agit de la phase de filtration.

Certains filtres-presses sont équipés de plateaux à membrane. Ces derniers sont alors munis sur une de leurs faces, d'une membrane en caoutchouc, qui va se gonfler, appliquant une pression contrôlée sur une face du gâteau (généralement environ 15 bar), réduisant le volume de la chambre. Le gâteau est donc compacté, ce qui va augmenter sa siccité. La filtration y est frontale (pression appliquée dans la même direction que l'écoulement de filtrat), il s'agit de la phase de compactage.

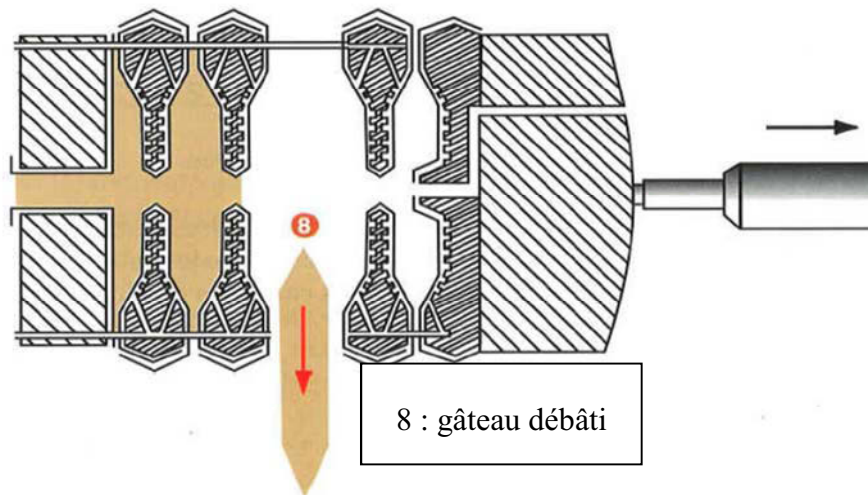


Figure 20 : Débâtissage d'un filtre-pressé [8]

Une fois les cycles de filtration et de compactage terminés, les gâteaux sont extraits (voir Figure 20). Pour cela, le vérin relâche la pression, ce qui désunit les plateaux et permet aux gâteaux de tomber. C'est la phase de débâtissage.

Ce procédé de filtration est donc discontinu.

La taille et le nombre de plateaux sont variables ainsi que la taille de la chambre de filtration. En effet, la largeur des plateaux varie de 30 centimètres à 1,5 mètres, et leur nombre est compris entre 10 et 150. L'épaisseur de la chambre de filtration est comprise entre 40 et 60 millimètres. [6, 8]

b. Performances

Les filtres-presses sont entièrement automatisés, mais le procédé de déshydratation mécanique reste discontinu (succession de phases de déshydratation et de débâtissage). La toile filtrante doit également être nettoyée régulièrement pour éviter tout colmatage de la toile.

Ils permettent d'obtenir les siccités les plus élevées : jusqu'à 35% avec un conditionnement minéral (chlorure ferrique + chaux) et environ 25% avec un conditionnement mixte (chlorure ferrique + polyélectrolytes de synthèse). La tenue en tas des boues produites est bonne.

Ce type de déshydratation est plutôt adapté aux stations de traitement des eaux usées de taille importante. En effet, ces performances en matière de siccité permettent de réduire les volumes de boues de façon importante en comparaison des autres procédés. [3, 6, 8].

4. Comparaisons des performances des trois procédés

a. Siccité du gâteau

Selon la technologie choisie, les siccités accessibles varient de 15 à 25 % de matière sèche issue de la boue. Cependant, en filtre presse, une siccité de 35 à 40% peut être atteinte si l'on considère un conditionnement à la chaux. En ôtant l'augmentation de siccité induite par la chaux, la siccité est inférieure à 25% en moyenne. Un résumé des performances observées sur des stations en exploitation en France est présenté Figure 21: on remarque que les filtres-presses permettent les siccités les plus élevées, que ce soit pour un conditionnement minéral ou pour un conditionnement polymère, suivis des centrifugeuses. Les filtres à bandes présentent des performances moindres.

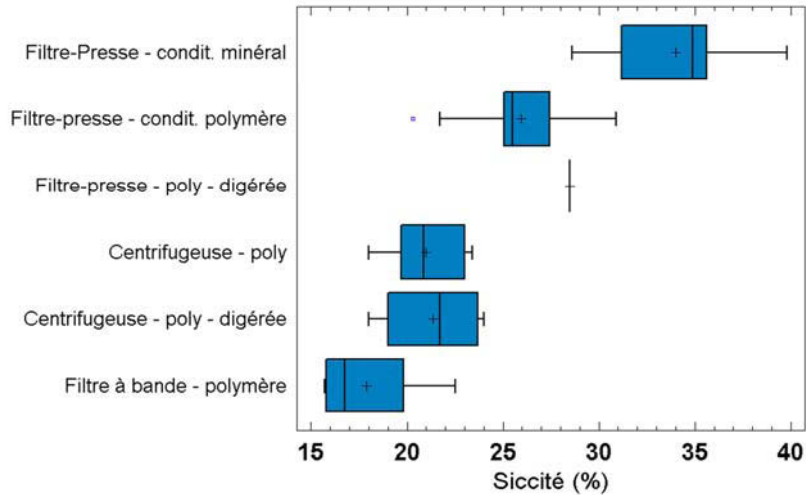


Figure 21 : Performances réelles observées sur site des procédés de déshydratation mécanique [4].

b. Retours en tête

La Figure 22 présente la charge représentée par les retours en tête issus des différents procédés.

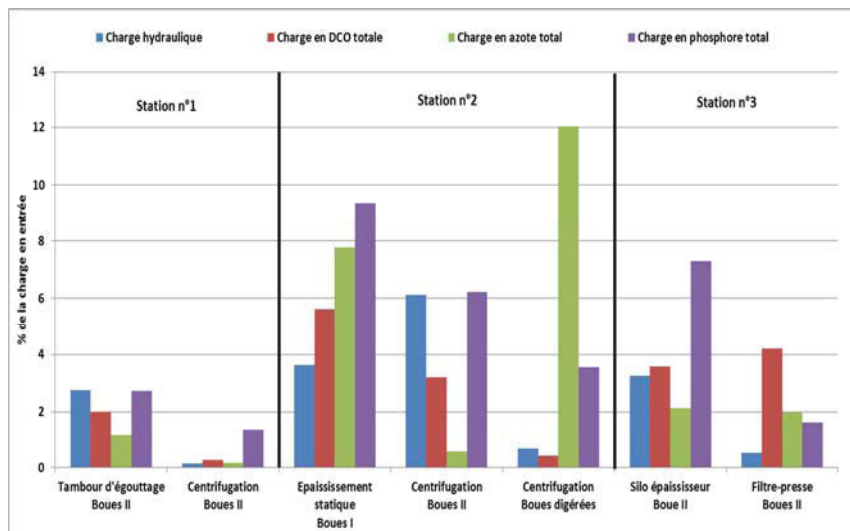


Figure 22 : Bilan de la charge représentée par les différents postes de retours en tête de la filière boue (en DCO, azote et phosphore totaux ; moyenne sur 3 prélèvements)[4]

On observe que la composition des filtrats ou concentrats dépend à la fois du type de boue déshydratée, du procédé de déshydratation mis en œuvre et du mode de conditionnement. En particulier, les retours en tête générés peuvent représenter une charge à traiter importante pour la station en terme d'azote pour la déshydratation des boues digérées.

III. Impact des paramètres opératoires sur les performances de déshydratation

Différents paramètres opératoires influencent les performances du procédé de déshydratation mécanique. La compréhension de l'impact de ces derniers sur les performances de déshydratation est nécessaire pour l'optimisation du procédé. Ce paragraphe se focalise sur les procédés de filtration qui sont l'objet de cette thèse. Les influences de la pression, de l'épaisseur du gâteau, et de la perméabilité de la toile filtrante sur les performances (siccité finale du gâteau, cinétique de déshydratation, taux de capture) du procédé sont exposées.

1. Impact de la pression de filtration

La pression appliquée au matériau à déshydrater est généralement le premier paramètre étudié. En effet, c'est un des paramètres clé des lois de la filtration de Darcy [55-56] et de la loi de Ruth [57]. Même si la pression appliquée est facilement mesurable, il est plus difficile de connaître la pression réellement transmise au matériau. De plus, son impact sur les performances de déshydratation des boues reste controversé.

a. Impact de la pression maximale appliquée

De nombreux auteurs ne remarquent pas d'effet notable de la pression sur la siccité finale lors de la déshydratation mécanique de boues résiduaires urbaines([58-60]). Dans sa thèse, Raynaud [8] montre que la pression n'a que très peu d'impact en phase de filtration, mais qu'elle est primordiale en phase de compression. Sung et Parekh [60] ont étudié l'impact des paramètres influençant la siccité finale après déshydratation mécanique d'une suspension de fines de charbon. Ils ont choisi de réaliser un plan d'expérience afin de faire varier les paramètres simultanément et non un par un. Ils peuvent alors déterminer l'effet moyen de chaque facteur. Après analyse statistique, ils arrivent à la conclusion que la pression n'a que peu d'impact sur la siccité finale du gâteau. Leurs résultats doivent cependant être interprétés avec précautions. Ils n'ont en effet étudié que deux valeurs de pression différentes (2,8 et 5,5 bars).

En revanche, différents auteurs se sont intéressés au débit de filtrat et remarquent que, pour des boues activées, sa valeur est indépendante de la pression uniquement si une pression limite est dépassée ([61-62]). Dominiak et al. [63] ont obtenu le même type de résultats sur la quantité de filtrat extraite [63]. Dans le même sens, Zhao et Bache [64] ont travaillé sur des

boues d'alun, relativement difficiles à déshydrater (siccité finale généralement comprise entre 18 et 25%) en appliquant des pressions de 0 à 10 bars. Ils ont montré que la pression était un paramètre influant de 0 à 5 bars, mais n'influait pas la siccité finale lorsqu'elle varie de 5 à 10 bars. Ces résultats ont été obtenus pour des boues floculées et non floculées. Cependant, ces auteurs se sont uniquement intéressés à la siccité finale du gâteau, sans tenir compte de la cinétique ou des autres performances liées à la déshydratation. Halde [65] remarque également une augmentation de la siccité finale avec l'augmentation de la pression.

Olivier [66] a dans un premier temps cherché à prédire l'effet de la pression sur les performances des filtres à bandes en utilisant une cellule de filtration-compression. L'impact de la pression maximale sur les performances d'un filtre à bandes a été étudié [67], ces auteurs remarquent que si la siccité du gâteau augmente avec la pression, la qualité du filtrat est diminuée.

b. Impact de la dynamique d'application de la pression

Différents auteurs ne se sont pas intéressés uniquement à la pression maximale, mais ont aussi souligné l'importance d'une pression constante pour accélérer la formation du gâteau ([68-70]).

Olivier et al. [66-67] ont réalisé leurs travaux sur un filtre à bandes. Ils remarquent qu'en diminuant la vitesse de montée en pression (modification de la vitesse des tapis), la siccité de la boue déshydratée augmente (Table 1).

Nature of sludge	Belt tension (N)	Roller diameter (m)	Number of pressing cycles	Reduction of belt speed (m. min ⁻¹)	Increase of dry solid content (g _{DS} .gcake ⁻¹)
Activated sludge	500	0.4	1	1.5 to 0.1	+2.1
Activated sludge	500	0.4	1	2 to 0.1	+3.59
Activated sludge	500	0.4	1	2 to 0.6	+1.86

Table 1 : Impact of belt speed on dry solid content of the dewatered sludge [67].

Raynaud [8] montre que l'effet de la vitesse d'application de la pression dépend de la phase de déshydratation considérée. Si cette dernière n'a que peu d'impact en phase de filtration, cet auteur observe que pour recueillir un volume de filtrat maximal en phase de compression, la pression doit être appliquée le plus rapidement possible (Figure 23).

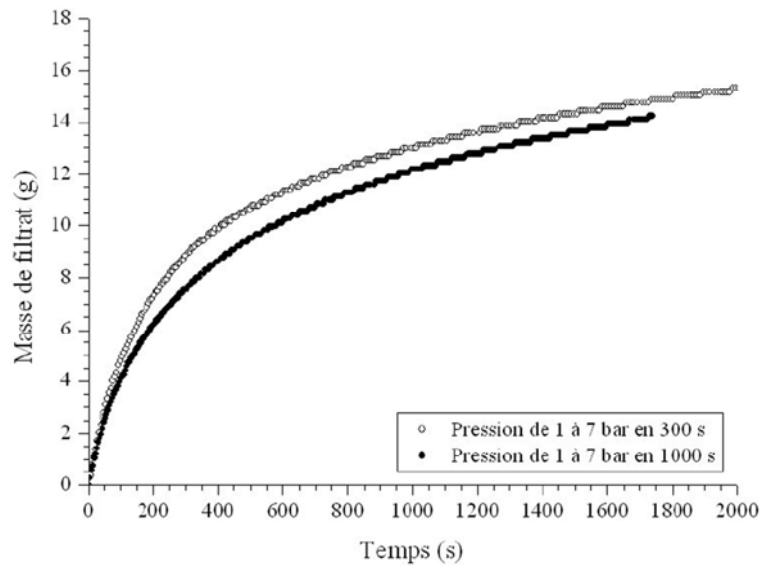


Figure 23 : Influence de la montée en pression sur la cinétique de compression d'une boue activée floculée (concentration = 7g/L) [8].

Ces tendances ont été observées sur des boues secondaires, floculées et non floculées. Pour réaliser les essais relatifs à la phase de compression, Raynaud a filtré puis précontraint la boue à une pression de 1 bar.

c. L'effet limitant de la pression osmotique

Récemment, différentes études [71-73] ont montré que les processus osmotiques observés au sein de la boue ont un effet limitant sur la déshydratation des boues, et sont impliqués dans l'impact de la pression sur les performances.

(i) Définition de la notion de pression osmotique

La pression osmotique est une notion directement liée au potentiel chimique des espèces en solution.

Selon les interactions attractives et répulsives inhérentes à son environnement, une espèce chimique i va avoir tendance à quitter plus ou moins spontanément une phase A pour une

phase B. L'équilibre est atteint lorsque le potentiel chimique de l'espèce dans les deux phases est identique. Cela signifie donc qu'un transfert de l'espèce i se produit de la phase de potentiel le plus élevé vers la phase de potentiel le plus bas, de la même manière qu'un système mécanique tend à évoluer vers les points d'énergie potentielle minimale.

Le potentiel chimique est calculé par l'expression mathématique suivante :

$$\mu_i = \mu_i^0 + RT \ln(x_i) \text{ (Equation 1)}$$

avec:

- μ_i , le potentiel chimique de l'espèce i [$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$]
- μ_i^0 , le potentiel chimique standard de l'espèce i [$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$]
- R , la constante universelle des gaz parfaits [$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]
- T , la température absolue [K]
- x_i , la fraction molaire de l'espèce i dans la solution considérée [$\text{mol}_{\text{soluté}}\cdot\text{mol}_{\text{solution}}^{-1}$]

Le phénomène d'osmose se base sur cette tendance naturelle d'un système à équilibrer les potentiels chimiques en différents points. Le fonctionnement de ce processus peut être décrit à l'aide de la Figure 24.

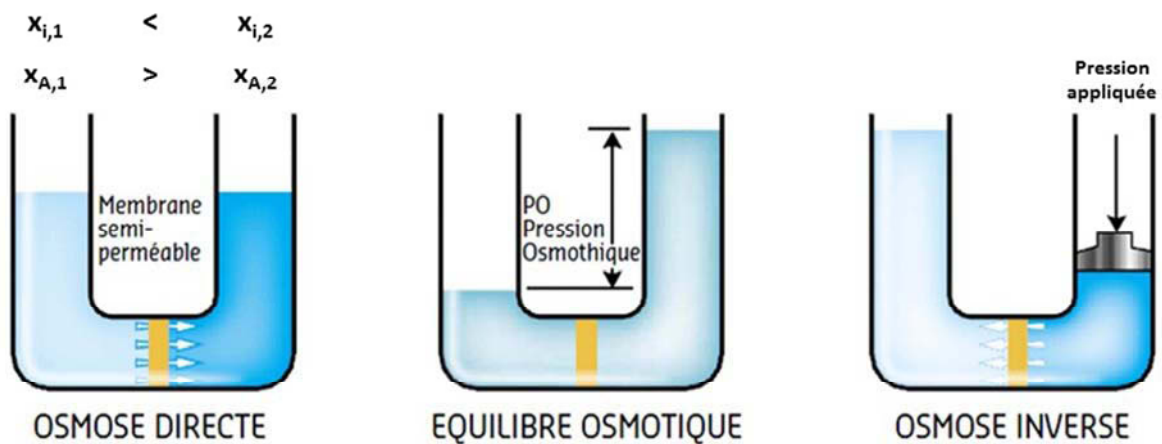


Figure 24 : Principe du phénomène d'osmose [6].

Le système comprend deux compartiments contenant chacun des solutions composées de solvant A et de soluté i , en concentration différente. Une membrane semi-perméable, permettant le passage du solvant mais pas du soluté, sépare les deux parties. $x_{i,n}$ représente la fraction molaire du composé i dans le compartiment n .

Sur la Figure 24, la concentration du soluté i est plus élevée dans le compartiment 2, sa fraction molaire $x_{i,2}$ est donc supérieure à $x_{i,1}$. La fraction molaire du solvant A est donc plus basse dans le compartiment 2 que dans le 1.

Comme le montre l'équation 1, le potentiel chimique d'une espèce est d'autant plus élevé que sa fraction molaire est élevée également. La valeur de μ_A est donc supérieure dans la partie 1. Afin de tendre vers l'équilibre osmotique, un transfert de solvant doit s'effectuer à travers la membrane. Le solvant se déplace donc du potentiel le plus élevé (compartiment 1) vers le potentiel le plus bas (compartiment 2) à travers la membrane. Lorsque $\mu_{A,1} = \mu_{A,2}$, l'équilibre osmotique est atteint.

La pression osmotique est générée par la force de transfert entraînant le mouvement du solvant d'un compartiment à l'autre du fait de la différence de potentiel chimique. Elle se calcule, pour une solution idéale diluée et dans le cas d'un transfert entre un solvant pur et une solution, par la loi de Van't Hoff :

$$\Pi = RT C_i \text{ (Equation 2)}$$

Avec :

- Π , la pression osmotique [Pa]
- R , la constante universelle des gaz parfaits [$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]
- T , la température absolue [K]
- C_i , la concentration molaire du soluté i dans le compartiment contenant la solution [$\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}$]

L'osmose inverse consiste à forcer le passage du solvant du plus bas potentiel chimique vers le plus haut par application d'une pression mécanique. Une nouvelle définition de la pression osmotique peut être écrite à partir de ce phénomène : il s'agit de la pression minimale à appliquer pour empêcher le mouvement de molécules de solvant du compartiment le moins concentré vers le compartiment le plus concentré à travers une membrane semi-perméable. Dans le cadre de la déshydratation de boues résiduaires, c'est ce dernier phénomène qui va intervenir dans les processus d'extraction du filtrat.

(ii) Impact des équilibres osmotique au sein de la suspension de boue

L'implication des processus osmotiques dans la déshydratation mécanique des boues a été pour la première fois démontrée théoriquement par Curvers et al. [72]. Comme expliqué précédemment, les particules solides constitutives d'une boue sont entourées d'exopolymères solubles et liés formant un gel aqueux de composition complexe. Cette matrice, de par sa structure, résiste à la compression et à la déformation.

Afin d'observer un phénomène d'osmose, le système doit comporter deux parties de concentrations différentes en soluté et séparées par une membrane semi-perméable laissant passer le solvant mais pas le soluté.

Dans le cas de la boue, selon Curvers et al. [71-72], la limite fictive de la matrice des EPS représente la membrane semi-perméable. Le milieu interstitiel correspond à la zone de basse concentration en soluté, les matière en suspension de la boue et l'eau incluse dans la matrice d'EPS, la zone de haute concentration dont le comportement osmotique est analogue à celui d'un gel. L'eau contenue dans les floccs possède donc un potentiel chimique μ_i plus bas que le milieu interstitiel.

Avant déshydratation, le système est à l'équilibre osmotique. En déshydratation, sous l'effet de la pression, de l'eau contenue dans la matrice d'EPS doit être transférée des floccs vers le milieu interstitiel. Ce processus tend à diminuer le potentiel chimique de l'eau contenue dans la matrice d'EPS (augmentation de la concentration en soluté de cette dernière). Pour que l'eau continue de migrer vers le milieu interstitiel de potentiel chimique plus élevé, il est nécessaire d'appliquer une pression sur le floc supérieure à la pression osmotique, à l'image du processus d'osmose inverse.

Ainsi, lors du processus de filtration, la pression appliquée augmente au cours du temps. La siccité du gel constitué par la matrice d'EPS augmente au cours du temps et donc, sa concentration C_i en soluté. D'après l'Equation 2, la pression osmotique Π est donc de plus en plus élevée. Cela signifie que la pression à appliquer pour extraire l'eau et contrebalancer la valeur de Π est de plus en plus importante.

Keiding et al. [73] ont modélisé les performances de déshydratation des boues activées, en fonction de la pression, en considérant la pression osmotique comme paramètre limitant. En ajoutant du sel dans une boue activée. Curvers et al. [72] ont par la suite confirmé expérimentalement le rôle de la pression osmotique dans la déshydratation des boues issues

du traitement des eaux usées. Ils ont en effet observé qu'une augmentation de la concentration du milieu interstitiel des boues en NaCl de 0,5 mol/L permet de diminuer de 30 % la pression appliquée pour obtenir la même siccité sans ajout de sel (essais réalisés en centrifugeuse). Les mêmes auteurs ont également lié la pression osmotique à la compressibilité des boues activées [71]. Raynaud et al. [74] ont eux aussi observé l'impact de l'ajout de sel, sans le lier à la pression osmotique.

d. Récapitulatif

En résumé, même si elle a été étudiée par de nombreux auteurs, la pression appliquée lors de la déshydratation mécanique est un facteur aux effets relativement controversé. Tous ceux l'ayant étudié s'accordent sur le fait qu'il joue un rôle dans le procédé de déshydratation, mais ne s'entendent pas sur son importance, et seuls quelques-uns d'entre eux se sont intéressés à d'autres performances que la siccité finale du gâteau. La stratégie de Sung [60] consistant à étudier l'impact de la pression simultanément à ceux des autres paramètres semble intéressante mais devrait être étendue à une plage de pression plus proche des données industrielles. De plus, une basse pression suffit à déformer le gâteau [63, 75], ce qui avec l'effet de la pression osmotique va s'opposer à la pression appliquée [71-73], empêchant d'extraire toute l'eau liée physiquement aux floes de boue. Seul Raynaud [8] s'est intéressé à la manière d'appliquer la pression. Une montée en pression brutale en phase de compression semble améliorer la siccité finale ainsi que la cinétique de déshydratation.

2. Impact de l'épaisseur de gâteau

L'épaisseur du gâteau de boue formé semble être un paramètre essentiel de la déshydratation mécanique. En effet, elle fait partie des paramètres clé des lois de la filtration issues des travaux de Darcy [55, 56]. De plus, la majorité des auteurs l'ayant étudié observent un impact sur les performances de déshydratation.

a. Impact de l'épaisseur sur la siccité finale

Zhao et Bache [64] observent sur une boue d'alun que pour une épaisseur de gâteau supérieure à 5 cm, la siccité du gâteau obtenu est indépendante de l'épaisseur, mais que pour les gâteaux plus fins, la siccité finale diminue lorsque l'épaisseur de gâteau augmente (Figure 25).

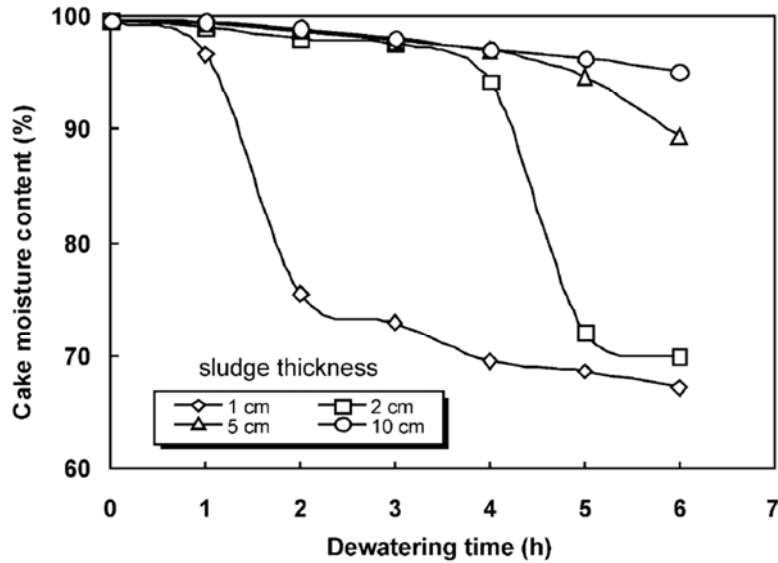


Figure 25 Influence de l'épaisseur de gâteau sur sa siccité pour une boue d'alun floculée, à une pression de 5 bars [64]

Lors de leurs travaux sur la déshydratation mécanique d'une suspension de fines de charbon, Sung et Parekh [60] ont montré que l'épaisseur influençait fortement la siccité finale du gâteau. Pour cela, ils ont proposé un modèle permettant de prévoir la siccité finale en fonction de différents paramètres opératoires. Dans ce modèle, l'épaisseur du gâteau et le temps de déshydratation sont deux paramètres couplés. Cependant, comme pour leurs travaux sur la pression, leurs résultats doivent être interprétés avec précaution. Ils n'ont en effet étudié que deux épaisseurs différentes (0,9 et 2,3 cm) qui sont d'une part peu éloignées l'une de l'autre, mais surtout très inférieures aux épaisseurs réellement obtenues par des procédés de déshydratation industriels (au-delà de 3 cm en général).

D'autres auteurs, travaillant sur des boues issues du traitement des eaux usées, digérées ou non, observent l'augmentation de la siccité finale du gâteau avec la diminution de son épaisseur [76-77].

Raynaud [8] observe également l'augmentation de la siccité finale du gâteau avec la diminution de l'épaisseur (Figure 26). Pour faire varier l'épaisseur finale du gâteau, il fait varier la hauteur initiale de boue en cellule de filtration-compression et donc la charge de boue (matières en suspension) par unité de surface de toile.

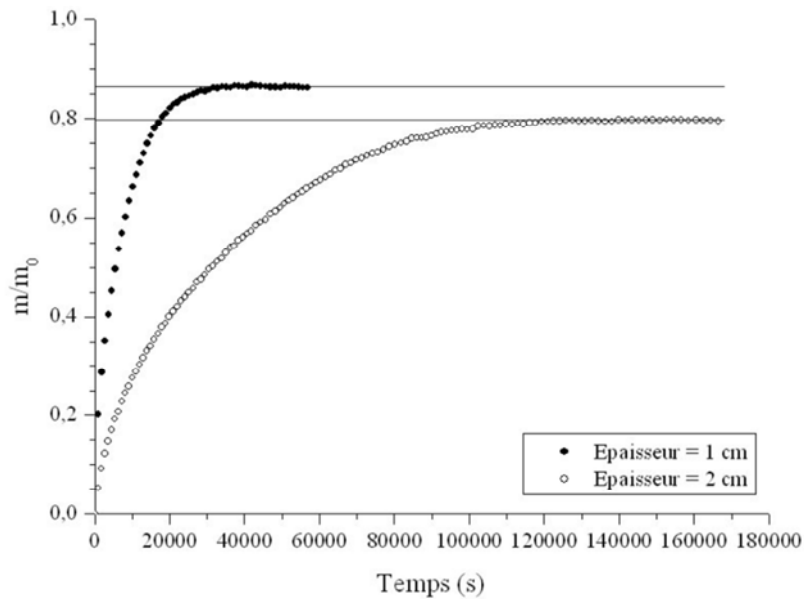


Figure 26 Influence de la quantité de boue à déshydrater sur la compression d'une boue semi- solide à une pression de 6 bars [8]

Cette augmentation de la siccité finale n'est selon lui pas exclusivement liée à l'augmentation du gradient de pression. La formation d'une fine couche de boue dense et non déformable au contact de la toile filtrante serait également responsable de cette observation. Il montre que la déformation du gâteau de boue n'est pas uniforme sur toute son épaisseur [78], dû à la présence de cette fine couche indéformable à proximité de la toile filtrante. D'autres auteurs [79-80] ont également remarqué cette augmentation de siccités aux abords de la toile filtrante.

Cette fine couche semble freiner fortement la cinétique de déshydratation en filtration en colmatant le filtre, mais semble également annihiler les effets de la compression sur la siccité finale du gâteau. La densité de cette fine couche semble indiquer que les particules de boue les plus fines migrent vers l'interface boue/toile filtrante. Ces résultats sont néanmoins à confirmer. En effet, lors de ses travaux, Raynaud [8] pré-cisailait tous ses échantillons afin de fixer l'état initial. Le pré-cisaillement peut déstructurer une partie des floes, entraînant une grosse proportion de fines pouvant migrer.

b. Impact de l'épaisseur sur la cinétique de déshydratation

Sveegaard et al. [75], lors de leurs travaux sur des boues résiduaires urbaines activées, ont démontré qu'un gâteau fin favorise une vitesse de déshydratation élevée. Zhao et Bache [64] ont obtenu des résultats identiques sur des boues d'alun. En effet, comme on peut le voir Figure 27, plus le gâteau est fin, plus vite le maximum d'eau est extrait.

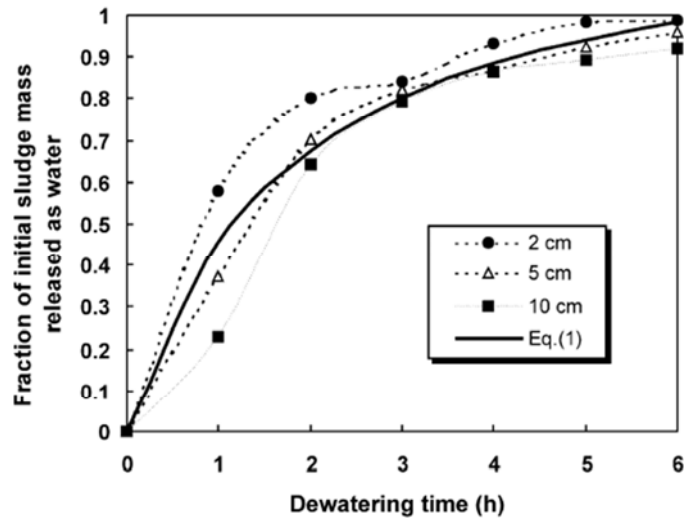


Figure 27 : Evolution du volume d'eau extrait pendant la déshydratation pour différentes épaisseurs de gâteau[64]

c. Récapitulatif

En résumé, même si la plupart des auteurs ont travaillé à des épaisseurs inférieures à celles des procédés de déshydratation industriels, l'épaisseur de gâteau semble être un paramètre primordial de la déshydratation mécanique. La diminution de l'épaisseur induit une augmentation de la siccité finale et améliore la cinétique. Il semble également que ce paramètre interfère fortement avec les autres paramètres [60] et une prise en compte des interactions entre ces derniers semble obligatoire. L'augmentation des performances avec la diminution de l'épaisseur est probablement liée à l'augmentation du gradient de pression dans le gâteau d'une part, mais également à la formation d'une fine couche dense à proximité du média filtrant, moins perméable que le reste du gâteau. Il serait également intéressant de réaliser une étude approfondie en augmentant notamment le temps de déshydratation ce qui permettrait de valider ou non l'existence d'une épaisseur limite évoquée par Zhao [64], au-delà de laquelle la siccité finale serait la même pour toutes les épaisseurs.

3. Impact de la perméabilité de la toile filtrante

Il existe différentes toiles filtrantes, de perméabilités différentes. Olivier [9] a comparé trois toiles différentes, utilisées sur les filtres à bandes et sur les tables d'égouttage. Il a obtenu pour les trois toiles et pour une même boue la même siccité finale ainsi que des cinétiques de

déshydratation comparables. Seule la qualité du filtrat et donc le taux de capture augmentent en utilisant des toiles plus fermées. Cependant, à part cette étude, il existe peu de données sur l'impact des toiles filtrantes sur les performances de déshydratation.

4. Synthèse

Seuls la pression et l'épaisseur de gâteau semblent impacter significativement les performances de déshydratation. Ces observations sont cohérentes avec les équations de la filtration en milieu poreux [55-56]. Les connaissances actuelles sont synthétisées dans le Tableau 1.

Paramètre	Données existantes
Pression	<ul style="list-style-type: none"> • Nombreuses données mais pas de réel consensus • En deçà d'une P_{limite}, une augmentation de P aurait un impact positif sur la siccité du gâteau. Au-delà, une augmentation de pression n'a plus d'impact. • Généralement étudié sans considérer les interactions avec les autres paramètres et sur des plages restreintes. • Pas de données sur l'impact de la pression en filtration tangentielle des boues urbaines conditionnées.
Épaisseur de gâteau	<ul style="list-style-type: none"> • Des résultats en filtration frontale montrent qu'une diminution de l'épaisseur augmente les performances de déshydratation mécanique. • L'impact de l'épaisseur a été étudié sur des gammes non représentatives de celles rencontrées sur des filtres industriels • Pas de données sur l'impact de l'épaisseur en filtration tangentielle des boues urbaines conditionnées.

Tableau 1 : Récapitulatif des connaissances sur l'impact des principaux paramètres opératoires.

IV. Impact des caractéristiques des boues sur les performances de déshydratation

Chaque boue a des propriétés physico-chimiques qui lui sont propres. Ces propriétés peuvent être très différentes selon le type de boue. Cette section a pour but de comprendre comment les propriétés physico-chimiques des boues impactent leur déshydratation.

1. Impact des exopolymères sur la structure des floes et la déshydratation

Les floes de boue activée sont donc composés majoritairement d'eau, qui est, pour une grande partie, liée aux EPS [81]. Jin et al [82] indiquent que les protéines et les polysaccharides constituant les EPS contribuent de manière significative à lier physiquement l'eau à l'intérieur des floes. Les EPS contribuent donc au taux d'hydratation des boues, et de ce fait à leur déshydratabilité.

Certains auteurs [83, 24, 37] constatent que plus la teneur en EPS d'une boue est élevée, plus la résistance spécifique à la filtration (RSF) et le temps de succion capillaire (CST) sont élevés. Le CST est un indicateur qui permet d'évaluer la capacité du floe à laisser échapper son eau à travers une membrane filtrante. Ainsi, plus sa valeur est faible et plus la boue est apte à la filtration. De même, plus la boue présente une résistance à la filtration importante, et plus il est difficile de la déshydrater.

D'autres auteurs ont constaté l'effet inverse. Jin et al. [82] remarquent que le CST tend à diminuer avec l'augmentation de la teneur en EPS totaux. Ils expliquent ce résultat par le fait que cette augmentation favorise le phénomène de floculation et limite ainsi la présence de fines particules dans la phase liquide, ce qui permet une meilleure déshydratation. Mikkelsen et Keiding [84], quant à eux, remarquent une siccité finale du gâteau plus faible pour une boue pauvre en EPS.

Ces résultats contradictoires peuvent être expliqués par le fait que ce serait la composition des EPS, plutôt que leur quantité, qui influencerait la déshydratation. En effet, les teneurs en protéines et en polysaccharides semblent influencer le processus, bien que leurs impacts restent encore assez mal connus. D'après Higgins et Novak [85] et Jin et al [82], l'augmentation du taux de protéines tend à améliorer la déshydratation (mesure de CST). D'autres auteurs observent l'effet inverse [86, 24]. Les polysaccharides auraient par contre tendance à avoir un effet négatif sur la déshydratabilité.

2. Impact de l'hydrophobicité des boues

Par définition, un composé est dit hydrophobe lorsqu'il repousse l'eau ou est repoussé par l'eau. La mesure de l'hydrophobicité de la boue, décrite par Raynaud [8] consiste à séparer la partie hydrophile des boues de la partie hydrophobe via l'ajout d'héxadécane fixant les particules hydrophobes. La séparation de la partie hydrophile se fait par décantation. La matière sèche hydrophile permet de déduire la matière sèche hydrophobe.

Au niveau des boues, de nombreuses études ont montré une forte corrélation entre l'hydrophobicité des cellules bactériennes et leur degré de liaisons aux floes de boues [23, 87]. Ainsi, de manière générale, une augmentation du pourcentage d'hydrophobicité permet une meilleure floculation des boues.

Les EPS sont également constitués de parties hydrophobes et hydrophiles (Jorand et al. [88]), et contribuent donc au taux d'hydrophobicité. Ainsi, Jin et al [26] observent une augmentation du taux d'hydrophobicité avec l'augmentation de la teneur en EPS. D'autres études ont permis de mettre en évidence le fait que parmi les EPS, les protéines seraient les principales responsables de l'hydrophobicité des boues, tandis que les polysaccharides contribueraient à leur nature hydrophile [88, 85, 41]. D'après Jorand et al. [88], environ 12% des protéines peuvent être considérées comme hydrophobes, tandis qu'aucun polysaccharide n'était présent dans la fraction hydrophobe.

3. Impact de la teneur en cations

Sobeck et Higgins [89] ont examiné 3 théories sur le rôle des cations dans la biofloculation. Ils en ont conclu que le modèle le mieux approprié est la théorie dite « Divalent Cation Bridging Theory » ou théorie DCB. Celle-ci suppose que les EPS, qui possèdent des groupes fonctionnels chargés négativement, sont reliés entre eux par l'intermédiaire de cations divalents. Ce modèle de floculation met en avant la forte implication des cations, notamment divalents, dans l'édification et la structure des floes.

D'après Bruus et al. [90], les cations, notamment divalents, assurent la stabilité des floes en créant des ponts entre les microorganismes. Ils suggèrent l'existence de pontage entre les cations divalents et les groupes carboxylates des acides portés par les floes et les EPS.

Sanin et Vesilind [91], eux, montrent que pour une concentration en alginates (polysaccharide) donnée, l'ajout de Ca^{2+} améliore la floculation. Le Ca^{2+} va en effet créer des

liaisons avec les parties chargées négativement de l'alginate, qui permettront alors la floculation.

En revanche, Sobeck et Higgins [89], montrent que l'ajout de cations monovalents type Na^+ entraîne une migration des cations divalents de la phase solide vers la phase liquide. Cette migration peut entraîner un effondrement de la structure floculée et provoquer une augmentation de la turbidité du surnageant.

Ainsi, la modification de la structure des floes en fonction de la teneur et du type de cations va également impacter la boue en terme de filtrabilité. Selon plusieurs études [89, 82, 85], l'ajout de cations divalents tels que le Ca^{2+} et Mg^{2+} permet d'améliorer les propriétés de déshydratation, en entraînant une diminution des valeurs du CST et de la RSF du fait d'une meilleure biofloculation des boues.

4. Influence du pH

Le pH est un paramètre qui peut varier sensiblement d'une boue à une autre, il est donc indispensable de connaître ses effets sur les performances de déshydratation.

a. Impact sur les teneurs en charges de surface

Certains auteurs affirment que la déshydratation serait meilleure en milieu acide, avec un pH optimal égal à 2,5. Le pH reflète la concentration en ions H^+ . En milieu acide, les protons très concentrés neutralisent les charges négatives portées par les floes de boues. Ainsi, d'après Neyens et al. [92], la dose de polymère cationique nécessaire pour le conditionnement serait donc réduite en milieu acide. En effet la diminution des charges de surfaces négatives par adsorption des protons à la surface des EPS permet d'atteindre une dose de polymère optimale pour un pH égal à 3.

Selon Liao et al. [93], la teneur en charge de surface négative nette est nulle pour un pH compris entre 2,6 et 3,6, lorsque le point isoélectrique est atteint. La stabilité des floes serait donc maximale dans ces conditions, avec des forces de répulsions électrostatiques réduites au minimum, ce qui permettrait l'agglomération des fines particules. Raynaud [8] a quantifié l'impact du pH via des mesures de charges de surfaces (Tableau 2). Le processus semble plus marqué en pH acide que basique.

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

Tableau 2 : Evolution de la teneur en charge de surfaces négative(en meq.g_{de MS}⁻¹) selon le pH [8]

b. Impact sur la matrice d'EPS

En plus de la modification des propriétés de surface des floccs, le conditionnement acide ou basique d'une boue entraînerait une hausse de la solubilisation des floccs, avec des résultats plus prononcés en milieu basique [82, 94, 95]. Ce phénomène s'accompagne d'une dissolution des EPS, avec notamment un relargage des protéines vers la phase liquide [96]. De plus, selon Raynaud [8], la solubilisation des EPS couplée à l'augmentation des forces de répulsion électrostatique contribue à la déstructuration des floccs.

Cette déstructuration permet de libérer l'eau piégée au sein du réseau polymérique (eau liée physiquement), et ainsi d'améliorer la déshydratation en termes de siccité finale. Cependant, cette déstructuration entraîne également la libération de fines particules (supracolloïdales) qui favorisent le colmatage du gâteau de boue et du média filtrant, provoquant alors une hausse de la résistance à la filtration, et ralentissant de ce fait la cinétique de déshydratation. Toujours selon Raynaud [8], un conditionnement acide de la suspension de boues, permettant la solubilisation des EPS et une baisse des forces de répulsion électrostatiques, améliorerait alors la déshydratation cette fois-ci en termes de cinétique et de quantité de filtrat recueilli.

En milieu basique donc (pH>9.5), la déshydratabilité des boues semble fortement limitée, avec une RSF qui augmente de façon exponentielle avec le pH. Ce phénomène peut être expliqué par la solubilisation des floccs. En effet, cette dernière affecte la distribution des tailles de particules. Ainsi, plus le pH va être acide, et plus le taux de particules dissoutes (tailles comprises entre 0.01 et 1 µm) et décantables (> 100µm) sera important, tandis que la proportion de particules supracolloïdales (1 à 100 µm) sera faible. Au contraire, pour un pH

basique, les particules supracolloïdales tendent à augmenter. Selon Karr et Keinath [97], ces particules seraient les principales responsables du colmatage du gâteau de boue et des médias filtrants. Il est donc nécessaire de réduire leur nombre pour une meilleure déshydratation.

5. Synthèse

La synthèse de l'impact des caractéristiques des boues sur leur déshydratation est présenté Tableau 3.

Caractéristiques physico-chimiques	Impact sur la déshydratabilité des boues
Teneur en EPS et nature des EPS	<ul style="list-style-type: none"> • Les EPS contribuent à la floculation et à la structuration de la boue • Pas de lien clair entre la teneur totale en EPS d'une boue sa déshydratabilité • La teneur en EPS protéiques (hydrophobes) favorise la déshydratation. • La teneur en EPS polysaccharidiques (hydrophiles) défavorise la déshydratation.
Hydrophobicité	<ul style="list-style-type: none"> • Plus une boue a un caractère hydrophobe, mieux elle se déshydrate.
Rôle des cations	<ul style="list-style-type: none"> • L'ajout de cations monovalents dégrade la déshydratabilité (déstructuration de la boue). • L'ajout de cations divalents améliore la déshydratabilité d'une boue en favorisant sa structuration.
pH	<ul style="list-style-type: none"> • Acide (pH entre 2,5 et 3,6) : solubilisation des EPS libérant de l'eau liée physiquement, entraînant une amélioration de la déshydratabilité ; formation de particules supra colloïdales ralentissant la cinétique de déshydratation. • Basique (pH>9,5) : La RSF augmente exponentiellement avec le pH qui tend à détériorer la déshydratabilité. (formation de particules supracoloïdales favorisant le colmatage)

Tableau 3 : Synthèse de l'impact des caractéristiques des boues sur leur déshydratation

V. Impact des procédés appliqués aux boues sur leur déshydratabilité : focus sur la digestion anaérobie

La digestion anaérobie des boues est le procédé modifiant les caractéristiques des boues (Figure 10) le plus répandu. Les caractéristiques des boues influent sur leur déshydratabilité, la digestion va donc avoir potentiellement un impact sur la déshydratation des boues.

1. Impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues

a. Comparaison de la déshydratabilité des boues avant et après digestion

Selon Houghton et al. [37], qui ont réalisé une étude sur des boues prélevées juste avant et après digestion (sans préciser quel était le type de boue fraîche), sur 6 sites de prélèvements sur 7, le CST des boues digérées est supérieur à celui des boues fraîches (Figure 28)

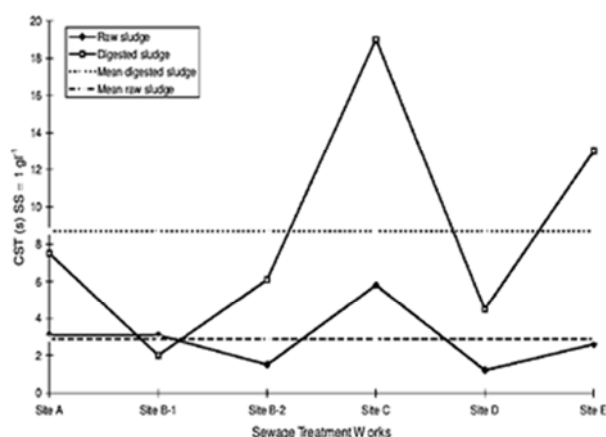


Figure 28 Mesure de CST effectués sur des boues avant et après digestion anaérobie sur 6 sites différents.[37]

Ce résultat montre un impact négatif de la digestion anaérobie industrielle sur la déshydratabilité des boues.

b. Impact du temps de séjour hydraulique (TSH) du digesteur sur la déshydratabilité des boues digérées

Ye et al. [98] ont étudié quant à eux l'impact du temps de séjour dans le digesteur sur le CST des boues digérées.

Ils ont constaté que celui-ci avait tendance à augmenter graduellement durant les 30 premiers jours de digestion, puis à se stabiliser. Au final, il est passé d'une valeur initiale de $3.88 \text{ s.L.g}^{-1}_{\text{MES}}$, à une valeur finale de $6.11 \text{ s.L.g}^{-1}_{\text{MES}}$ (Figure 29).

La même augmentation, présentée Figure 30, est observée par Novak et al. [99], bien qu'ils ne constatent pas de réelle stabilisation sur leurs 2 boues étudiées.

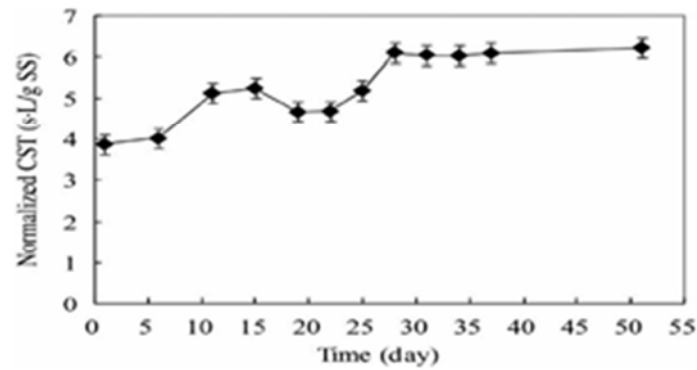


Figure 29 : Evolution du CST normalisé en fonction du TSH. [98]

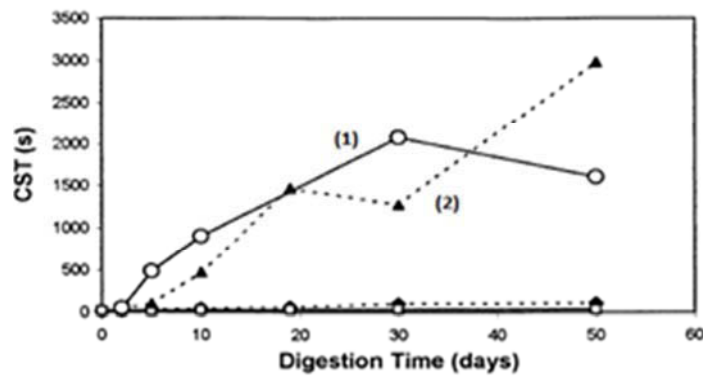


Figure 30 : Evolution du CST brut en fonction du TSH. [99]

2. Impact de la digestion anaérobie sur les caractéristiques de la matrice d'EPS des boues

Quelques études [24, 98, 100] ont permis de montrer que la digestion anaérobie avait un impact sur la teneur et la composition des EPS. Deux de ces études en particuliers ont été détaillées dans le paragraphe ci-dessous.

a. Impact de la digestion anaérobie industrielle sur les EPS

En utilisant une méthode d'extraction par centrifugation pour extraire les EPS, Houghton et al.[24] et Morgan et al. [100] ont alors constatés que la quantité totale d'EPS diminue en moyenne de 25% sur les boues digérées (Figure 31). Morgan et al [100] ont également constaté cette diminution.

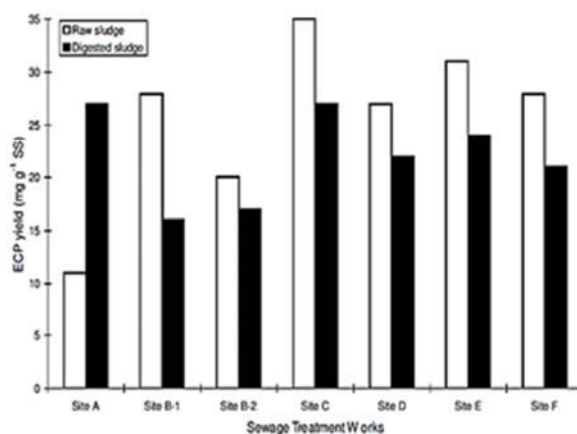


Figure 31 : Impact de la digestion anaérobie sur le rendement des EPS.[37]

Cette dernière ne peut cependant pas être directement corrélée à l'augmentation du CST dans cette étude, car graphiquement parlant, la plus grosse diminution en EPS (site B-1) ne correspond pas à la plus forte augmentation du CST (site C, sur la Figure 28), entre la boue digérée et non digérée.

Houghton et al. [24] ont ensuite constaté une plus forte quantité de protéines présente dans les EPS extraits des boues digérées. La quantité de polysaccharides varie également mais en moindre mesure, avec des baisses allant de 4 à 28% pour les boues digérées par rapport aux boues brutes. Ainsi dans tous les cas, le ratio protéines/polysaccharides est plus élevé pour les boues digérées, ce qui devrait, d'après les résultats mentionnés précédemment (paragrapheIV.1), favoriser la déshydratation.

Houghton et al [24] ont également construit une courbe reliant le taux d'EPS dans les boues fraîches et digérées avec le CST obtenu pour chaque boue, afin d'essayer de déterminer une relation permettant d'obtenir des doses optimales d'EPS pour chaque type de boue (Figure 32).

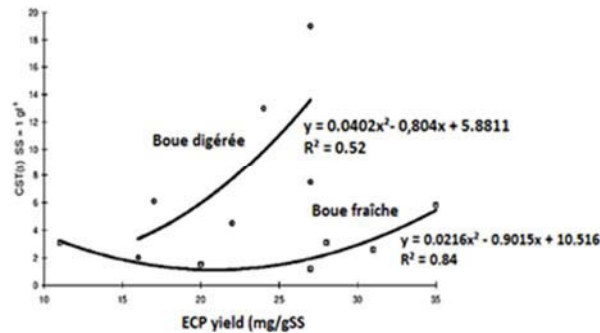


Figure 32 : Relation entre le rendement d'EPS (ECP sur la figure) et le CST mesuré pour les boues digérées et non digérées.[37]

Ils ont ainsi trouvé une dose de 21 mg d'EPS/gMS pour les boues fraîches, et 10 mg d'EPS/gMS pour les boues digérées. Cependant, ces doses optimales restent hypothétiques, et devraient être étudiées beaucoup plus en détails, car les coefficients de corrélation pour les 2 courbes sont faibles, spécialement pour les boues digérées (Figure 32).

b. Impact du temps de séjour hydraulique des digesteurs (TSH) sur les EPS

Ye et al [98], ont étudié quant à eux l'impact du temps de séjour dans le digesteur sur les EPS. Concernant les EPS extraits par sonication, (Figure 33), ces auteurs. [98] constatent que la partie soluble des EPS augmente significativement pendant les 20 premiers jours de la digestion, puis se stabilise. La quantité d'EPS liés, elle, diminue pendant les 10 premiers jours, puis augmente brusquement autour du 20^{ème} jour pour se stabiliser ensuite. Ainsi, cela montre que les EPS se solubilisent durant les 20 premiers jours de la digestion. Cependant, ils n'ont pas trouvé d'explication pour l'augmentation brusque de la concentration en EPS liés à partir du 20^{ème} jour. Ces résultats sont de plus en contradiction avec les études d'Houghton et al. [24, 37] qui constatent une diminution de la quantité totale d'EPS dans les boues digérées.

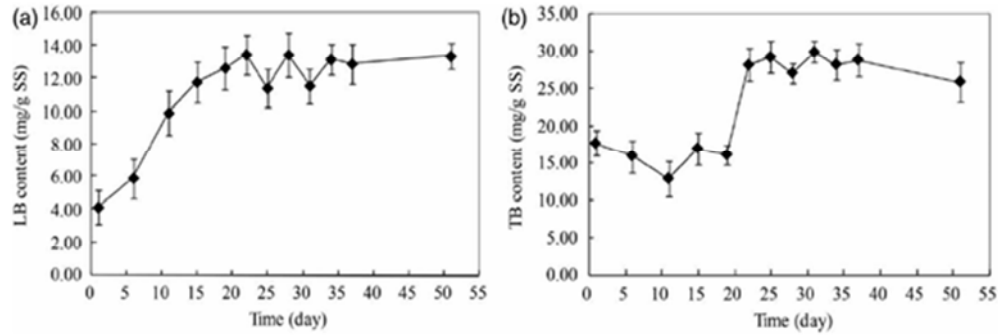


Figure 33 : Evolution de la teneur en EPS dans la partie soluble (LB content et insoluble (TB content) des boues.[98]

Ye et al. [98] ont ensuite analysé l'évolution de la teneur en protéines et polysaccharides présents dans les EPS libres (partie soluble) et liés (partie insoluble) des boues (Figure 34). Ils constatent ainsi que leur concentration est beaucoup plus élevée dans la partie insoluble. Dans la partie soluble, un pic de valeurs est observé pour les deux autour du 10^{ème} jour, puis une stabilisation. Dans la partie non soluble, le taux de polysaccharides diminue graduellement mais faiblement. La concentration en protéines est environ 500 fois plus élevée que celle en polysaccharides pour la partie soluble et non soluble, pendant les 15 premiers jours de digestion. Après ces 15 jours, la concentration en protéines est devenue plus de 2000 fois plus importante que celle en polysaccharides dans la partie soluble. Ces résultats semblent donc suggérer que les protéines sont libérées beaucoup plus facilement que les polysaccharides, ou bien ces derniers se décomposent beaucoup plus lentement dans la partie soluble.

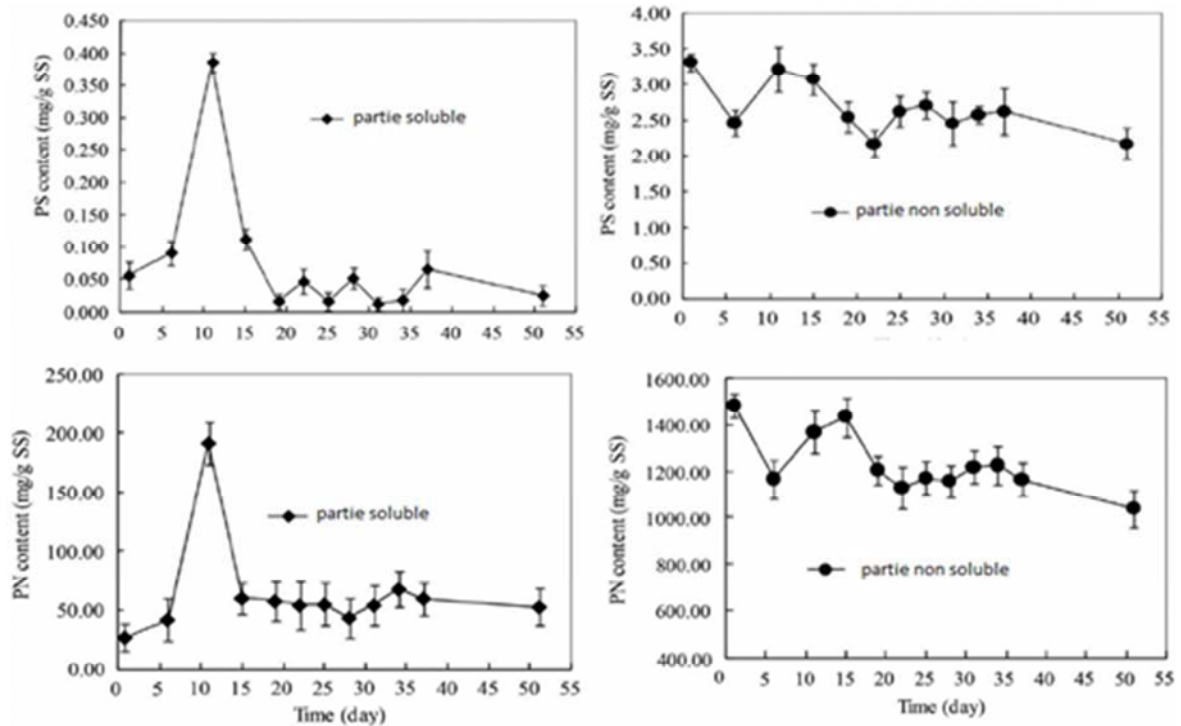


Figure 34 : Evolution de la teneur en protéines (PN) et polysaccharides (PS) dans la partie soluble et insoluble des EPS.[98]

Il semble donc que la déshydratabilité ne dépend pas de la teneur en EPS, mais de leur composition. La déshydratabilité augmente avec le taux de protéines, et diminue lorsque le taux de polysaccharides augmente.

3. Synthèse

La synthèse de l'impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues est présenté Tableau 4.

	CST	EPS
Digestion industrielle	<ul style="list-style-type: none"> • Augmentation globale du CST et donc diminution de la déshydratabilité. • Une mauvaise digestion entraîne une augmentation du CST et donc dégrade d'avantage la déshydratabilité en augmentant la surface spécifique du milieu poreux. 	<ul style="list-style-type: none"> • Diminution globale de la quantité d'EPS • Augmentation de la teneur en protéines sans pour autant améliorer la déshydratabilité
Temps de séjour hydraulique (TSH)	<ul style="list-style-type: none"> • Augmentation du CST et donc diminution de la déshydratabilité les 30 premiers jours suivi d'une stabilisation. 	<ul style="list-style-type: none"> • Augmentation du taux de protéines et de polysaccharides de 0 à 10 jours. • Augmentation du rapport protéines sur polysaccharides entre 0 et 15 jours (de 500 à 2000).

Tableau 4 : Synthèse de l'impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues

VI. Conclusion

1. Limites des connaissances sur l'impact des paramètres opératoires sur les performances du procédé.

La pression et l'épaisseur sont les deux paramètres opératoires ayant un effet majeur sur les performances de déshydratation. Il n'existe cependant pas de consensus sur l'amplitude de l'impact chaque paramètre, mais seulement des tendances communes.

Les résultats dépendent très fortement des conditions expérimentales, et notamment du mode de filtration, des gammes de pressions et d'épaisseurs et de si les boues sont préalablement conditionnées ou non. De plus des interactions entre les différents paramètres peuvent également exister.

Les valeurs des paramètres généralement étudiées sont bien souvent loin des conditions industrielles (Par exemple, Zhao et al. [64] ont étudié des épaisseurs de 1 ; 2 ; 5 et 10 cm alors que les valeurs industrielles sont autour de 3,5cm). De plus, toutes les études déjà réalisées l'ont été en filtration frontale (cellule de filtration-compression essentiellement) alors qu'en filtration tangentielle est mise en œuvre lors de la phase de filtration des filtres-presses. Il est donc difficile d'utiliser ces résultats pour hiérarchiser les différents facteurs de contrôle selon la sensibilité du procédé industriel. Par conséquent, il est difficile d'identifier des voies d'optimisation à une échelle industrielle.

D'un point de vue scientifique, ce sont les lois générales de la filtration basées sur les lois de Darcy et de Ruth qui permettent d'expliquer l'impact de la pression et de l'épaisseur. La filtration des boues résiduelles est toutefois plus complexe, des phénomènes limitants, induits par les effets d'équilibres osmotiques difficiles à modifier, doivent être intégrés à la compréhension de l'impact de la pression et de l'épaisseur sur les processus de déshydratation mécanique des boues.

Afin de clarifier comment la pression et l'épaisseur de gâteau impactent les performances de déshydratation des filtres-presses industriels, une étude de sensibilité a été réalisée sur le procédé dans le cadre de cette thèse. Celle-ci permettra d'identifier quels sont les paramètres opératoires du procédé les plus sensibles constituant les principaux leviers d'optimisation. Les

résultats de ce travail sont présentés dans le chapitre 2 de ce mémoire au travers d'un article scientifique publié dans *Drying Technology* et intitulé :

Effect of operating parameters on the dewatering performance of press-filters: a sensitivity analysis.

2. Limites des connaissances sur l'impact des caractéristiques des boues sur les performances du procédé.

Différentes caractéristiques des boues impactent les performances de déshydratation : la teneur en EPS et leur nature, l'hydrophobicité de la boue, la salinité et le pH.

La teneur en EPS et leur nature sont les caractéristiques des boues les plus sensibles ; elles impactent les états de l'eau et l'hydrophobicité. La teneur en EPS et leur nature impactent également les équilibres osmotiques entre les floccs et le milieu interstitiel.

La digestion anaérobie des boues est un des procédé existant qui impacte le plus la teneur en EPS et leur composition. Il impacte donc potentiellement de manière importante les performances de déshydratation.

Cependant, les travaux s'intéressant à l'impact de la digestion anaérobie des boues sur les performances de déshydratation utilisent comme indicateur de déshydratabilité le CST, procédé peu représentatif de la réalité industrielle.

Une collecte de donnée sur site met en évidence une grande variabilité des performances de déshydratation sur les boues issues de procédés de digestion anaérobie (Figure 35).

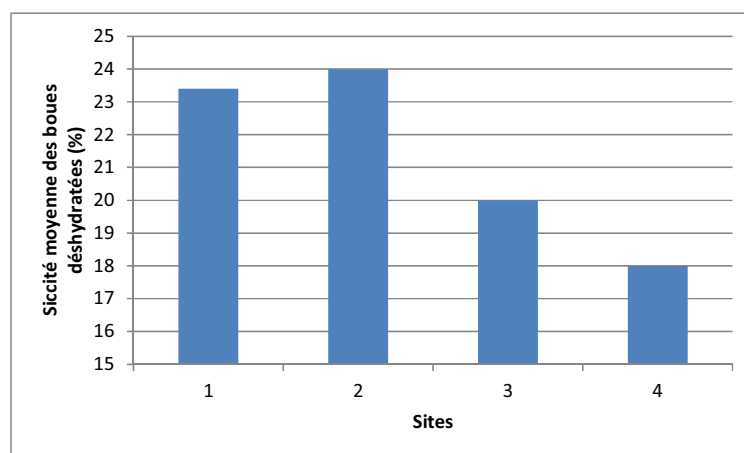


Figure 35 : Siccité moyenne après déshydratation en centrifugeuse de boues digérées sur 4 sites industriels.

On peut faire l'hypothèse qu'une partie de cette variabilité est due à des paramètres de dimensionnement qui diffèrent d'un site à l'autre. Cependant, il n'existe pas, à l'heure actuelle, de données concernant l'impact des paramètres opératoires de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues. Le présent travail de thèse s'est donc intéressé à l'impact d'un des principaux paramètres de dimensionnement des digesteurs, le temps de séjour hydraulique, sur la déshydratabilité des boues digérées en filtre-pressé. Ce paramètre a été évalué dans des conditions expérimentales proches des situations industrielles en termes de conditionnement (chlorure ferrique et polymère) et de processus de filtration mis en œuvre (filtration tangentielle). Les résultats de ce travail sont présentés en chapitre 3 sous la forme d'un article scientifique soumis à *Waste Management* intitulé :

Impact of the hydraulic retention time in the anaerobic digester on sludge dewatering efficiency.

3. Comment prédire les performances des filtres-pressés ?

Dans un objectif d'optimisation, il est nécessaire de disposer d'outils capables de prédire les performances des filtres-pressés en fonction des principaux facteurs de contrôle identifiés précédemment. Les modèles numériques font partie de ces outils. Cependant, il n'existe pas à l'heure actuelle de modèle validé capable de prédire la siccité d'une boue obtenue en filtre-pressé, en fonction des paramètres de filtration et des propriétés des boues. Une partie du travail de cette thèse s'est attaché au développement d'un tel modèle et est présentée dans le chapitre 4 sous la forme d'un article scientifique soumis à *Drying Technology* intitulé :

Modeling the mechanical dewatering of activated sludge in a cross-flow filtration cell.

VII. Références bibliographiques

1. INSEE. [cited 2013; Available from: <http://www.insee.fr>.
2. Ministère de l'écologie, d.d.d.e.d.l.é. [cited 2013; Available from: <http://assainissement.developpement-durable.gouv.fr>.
3. ADEME. [cited 2013; Available from: <http://www.ademe.fr/partenaires/Boues>.
4. Girault, R., J. Tosoni, R. A.L., M. Richard, and J.C. Baudez, *Déshydratation mécanique des boues résiduaires. Etat des lieux des filières en France métropolitaine. Rapport intermédiaire. 2013. Action F de la convention Onema-Irstea 2014-2017 52p., 2013.*
5. Boeglin, J.-C., *Traitements et destinations finales des boues résiduaires. 2000: Ed. Techniques Ingénieur.*
6. Degrémont, *Mémento technique de l'eau. Vol. 1. 2005: Ed. Techniques Ingénieur.*
7. Dieudé-Fauvel, E., *Analyse de la transition liquide-pâteux, Rapport bibliographique. 2003.*
8. Raynaud, M., *COUPLAGE DE CARACTERISATION MECANIQUE ET PHYSICO-CHIMIQUE EN VUE D'ANALYSER LES LIMITES DE LA DESHYDRATATION DES BOUES RESIDUAIRES URBAINES. 2010.*
9. Olivier, J., *Etude des filtres à bandes pour la déshydratation mécanique des boues résiduaires urbaines. 2003.*
10. Hait, S. and V. Tare, *Vermistabilization of primary sewage sludge. Bioresource Technology, 2011. 102(3): 2812-2820.*
11. Gupta, R. and V.K. Garg, *Stabilization of primary sewage sludge during vermicomposting. Journal of Hazardous Materials, 2008. 153(3): 1023-1030.*
12. Khan, S.J. and J.E. Ongerth, *Estimation of pharmaceutical residues in primary and secondary sewage sludge based on quantities of use and fugacity modelling, 2002. 105-113.*
13. Zorpas, A.A., A.G. Vlyssides, and M. Loizidou, *Physical and chemical characterization of anaerobically stabilized primary sewage sludge. Fresenius Environmental Bulletin, 1998. 7(7-8): 502-508.*
14. Roman, H.J., J.E. Burgess, and B.I. Pletschke, *Enzyme treatment to decrease solids and improve digestion of primary sewage sludge. African Journal of Biotechnology, 2006. 5(10): 963-967.*
15. Ademe, *Impacts environnementaux de la gestion des déchets. 2005.*
16. Bitton, G., *Wastewater microbiology. 2005: John Wiley & Sons.*
17. Gerardi, M.H., *The microbiology of anaerobic digesters. 2003: John Wiley & Sons.*
18. Appels, L., J. Baeyens, J. Degreève, and R. Dewil, *Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. Progress in energy and combustion science, 2008. 34(6): 755-781.*
19. Tabuteau, H., P. Coussot, and J. Baudez, *A new approach to the thixotropic behaviour of sewage sludge. Journal of Residuals Science & Technology, 2006. 3(4): 233-240.*
20. Labanda, J., P. Marco, and J. Llorens, *Rheological model to predict the thixotropic behaviour of colloidal dispersions. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2004. 249(1): 123-126.*
21. Mewis, J. and N.J. Wagner, *Thixotropy. Advances in Colloid and Interface Science, 2009. 147: 214-227.*
22. Jorand, F., F. Zartarian, F. Thomas, J.C. Block, J.Y. Bottero, G. Villemin, V. Urbain, and J. Manem, *Chemical and structural (2D) linkage between bacteria within activated sludge flocs. Water Research, 1995. 29(7): 1639-1647.*
23. Urbain, V., J.C. Block, and J. Manem, *Bioflocculation in activated sludge: An analytic approach. Water Research, 1993. 27(5): 829-838.*
24. Houghton, J.I., T. Stephenson, and J. Quarmby, *The impact of digester retention time on microbial extracellular polymer production and sludge dewaterability. Environmental Technology, 2000. 21(10): 1157-1165.*
25. Wu, R.M., D.J. Lee, T.D. Waite, and J. Guan, *Multilevel structure of sludge flocs. Journal of Colloid and Interface Science, 2002. 252(2): 383-392.*
26. Jin, B., B. Wilén, and P. Lant, *A comprehensive insight into floc characteristics and their impact on compressibility and settleability of activated sludge. Chemical Engineering Journal, 2003. 95(1): 221-234.*
27. Schmid, M., A. Thill, U. Purkhold, M. Walcher, J.Y. Bottero, P. Ginestet, P.H. Nielsen, S. Wuertz, and M. Wagner, *Characterization of activated sludge flocs by confocal laser scanning microscopy and image analysis. Water Research, 2003. 37(9): 2043-2052.*
28. Turchiuli, C. and C. Fargues, *Influence of structural properties of alum and ferric flocs on sludge dewaterability. Chemical Engineering Journal, 2004. 103(1-3): 123-131.*

29. Zartarian, F., C. Mustin, J.Y. Bottero, G. Villemain, F. Thomas, L. Ailleres, M. Champenois, P. Grulois, and J. Manem, *Spatial arrangement of the components of activated sludge flocs. Water Science and Technology*, 1994. 30(11): 243-250.
30. Zartarian, F., C. Mustin, G. Villemain, T. Ait-Ettager, A. Thill, J.Y. Bottero, J.L. Mallet, and D. Snidaro, *Three-dimensional modeling of an activated sludge floc. Langmuir*, 1997. 13(1): 35-40.
31. Feitz, A.J., J. Guan, and T.D. Waite, *Size and structure effects on centrifugal dewatering of digested sewage sludge*, 2001. 427-435.
32. Lawler, D.F., Y.J. Chung, S.-J. Hwang, and B.A. Hull, *ANAEROBIC DIGESTION: EFFECTS ON PARTICLE SIZE AND DEWATERABILITY. Journal of the Water Pollution Control Federation*, 1986. 58(12): 1107-1117.
33. Baudez, J.-C., R.K. Gupta, N. Eshtiaghi, and P. Slatter, *The viscoelastic behaviour of raw and anaerobic digested sludge: strong similarities with soft-glassy materials. Water Research*, 2013. 47(1): 173-180.
34. Nielsen, P.H., A. Jahn, and R. Palmgren, *Conceptual model for production and composition of exopolymers in biofilms. Water Science and Technology*, 1997. 36(1): 11-19.
35. Li, D.H. and J.J. Ganczarczyk, *Structure of activated sludge flocs. Biotechnology and Bioengineering*, 1990. 35(1): 57-65.
36. Frølund, B., R. Palmgren, K. Keiding, and P.H. Nielsen, *Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin. Water Research*, 1996. 30(8): 1749-1758.
37. Houghton, J., J. Quarmby, and T. Stephenson, *The impact of digestion on sludge dewaterability. Process Safety and Environmental Protection*, 2000. 78(2): 153-159.
38. Wigender, J., T. Neu, and H.-C. Flemming, *Microbial Extracellular Polymeric Substances*, 1999, Springer. Berlin.
39. Liu, Y. and H.H. Fang, *Influences of extracellular polymeric substances (EPS) on flocculation, settling, and dewatering of activated sludge*. 2003.
40. Dignac, M.-F., V. Urbain, D. Rybacki, A. Bruchet, D. Snidaro, and P. Scribe, *Chemical description of extracellular polymers: implication on activated sludge floc structure. Water Science and Technology*, 1998. 38(8): 45-53.
41. Wilen, B.-M., B. Jin, and P. Lant, *The influence of key chemical constituents in activated sludge on surface and flocculating properties. Water Research*, 2003. 37(9): 2127-2139.
42. Bura, R., M. Cheung, B. Liao, J. Finlayson, B. Lee, I. Droppo, G. Leppard, and S. Liss, *Composition of extracellular polymeric substances in the activated sludge floc matrix. Water Science and Technology*, 1998. 37(4): 325-333.
43. Vaxelaire, J. and P. Cézac, *Moisture distribution in activated sludges: A review. Water Research*, 2004. 38(9): 2214-2229.
44. Mowla, D., H. Tran, and D.G. Allen, *A review of the properties of biosludge and its relevance to enhanced dewatering processes. Biomass and Bioenergy*, 2013. 58: 365-378.
45. Vesilind, P.A., *The role of water in sludge dewatering. Water Environment Research*, 1994. 66(1): 4-11.
46. Charru, F., *Instabilités hydrodynamiques. CNRS Editions*, 2007. *Collection Physiques Savoirs Actuelles*: 22.
47. Niu, M., W. Zhang, D. Wang, Y. Chen, and R. Chen, *Correlation of physicochemical properties and sludge dewaterability under chemical conditioning using inorganic coagulants. Bioresource Technology*, 2013. 144: 337-343.
48. Lotito, V., G. Mininni, and L. Spinosa, *Models of sewage sludge conditioning. Water Science and Technology*, 1990. 22(12): 163-172.
49. Benítez, J., A. Rodriguez, and A. Suárez, *Optimization technique for sewage sludge conditioning with polymer and skeleton builders. Water Research*, 1994. 28(10): 2067-2073.
50. Paulsrud, B. and A.S. Eikum, *DEWATERING PROPERTIES OF LIME STABILIZED SEWAGE SLUDGES. Prog Water Technol*, 1977. 9(2): 337-346.
51. Bolto, B. and J. Gregory, *Organic polyelectrolytes in water treatment. Water Research*, 2007. 41(11): 2301-2324.
52. Morgan, J.E., M.A. Yorke, and J.E. Boothe, *HOW CATIONIC POLYMER STRUCTURE RELATES TO DEWATERING EFFICIENCY OF WASTE ACTIVATED SLUDGES. American Chemical Society, Polymer Preprints, Division of Polymer Chemistry*, 1978. 19(2): 276-281.
53. ROUSSEAU, G., M. VALAT, J.-R. PUIGGALI, and B. PAQUETTE, *Modélisation du convoyage dans un Décanteur Centrifuge à Axe Horizontal*.
54. VEYNACHTER, B. and P. POTTIER, *Centrifugation et décantation*. 2007: Ed. Techniques Ingénieur.
55. Darcy, H., *Les fontaines publiques de la ville de Dijon: exposition et application*. 1856: Victor Dalmont.
56. Shifrin, E.G. and N.A. Gusev, *Filtration equations and the Darcy law. Doklady Physics*, 2010. 55(12): 615-619.

57. Ruth, B., *Correlating filtration theory with industrial practice. Industrial & Engineering Chemistry*, 1946. 38(6): 564-571.
58. Tokunaga, K., S. Fujinami, and T. Ishimi, *High pressure filtration and/or squeezing of sewage sludges. Filtration and Separation*, 1983. 20(6): 450-456.
59. Gazbar, S., *Evaluation et amélioration des performances des procédés de déshydratation mécanique des boues résiduaires*, 1993.
60. Sung, D.J. and B.K. Parekh, *A parametric study of dewatering of fine coal. Coal preparations*, 1996. 17: 25-38.
61. Sørensen, B.L. and P.B. Sørensen, *Structure compression in cake filtration. Journal of Environmental Engineering*, 1997. 123(4): 345-353.
62. Tiller, F.M. and J.H. Kwon, *Role of porosity in filtration: XIII. Behavior of highly compactible cakes. AIChE Journal*, 1998. 44(10): 2159-2167.
63. Dominiak, D., M. Christensen, K. Keiding, and P.H. Nielsen, *Gravity drainage of activated sludge: New experimental method and considerations of settling velocity, specific cake resistance and cake compressibility. Water Research*, 2011. 45(5): 1941-1950.
64. Zhao, Y. and D. Bache, *Integrated effects of applied pressure, time, and polymer doses on alum sludge dewatering behaviour. Waste Management*, 2002. 22(7): 813-819.
65. Halde, R.E., *Filterbelt pressing of sludge - A laboratory simulation. Journal of the Water Pollution Control Federation*, 1980. 52(2): 310-316.
66. Olivier, J. and J. Vaxelaire, *The prediction of filter belt press dewatering efficiency for activated sludge by experimentation on filtration compression cells. Environmental Technology*, 2004. 25(12): 1423-1430.
67. Olivier, J. and J. Vaxelaire, *Municipal sludge dewatering by belt filter press: effect of operating parameters. Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 2005. 80(8): 948-953.
68. SHIRATO, M., T. ARAGAKI, R. Mori, and K. Sawamoto, *PREDICTIONS OF CONSTANT PRESSURE AND CONSTANT RATE FILTRATIONS BASED UPON AN APPROXIMATE CORRECTION FOR SIDE WALL FRICTION IN COMPRESSION PERMEABILITY CELL DATA. Journal of Chemical Engineering of Japan*, 1968. 1(1): 86-90.
69. Landman, K.A. and L.R. White, *Predicting Filtration Time and Maximizing Throughput in a Pressure Filter. AIChE Journal*, 1997. 43(12): 3147-3159.
70. Green, M.D., K.A. Landman, R.G. De Kretser, and D.V. Boger, *Pressure filtration technique for complete characterization of consolidating suspensions. Industrial and Engineering Chemistry Research*, 1998. 37(10): 4152-4156.
71. Curvers, D., H. Saveyn, P.J. Scales, and P. Van der Meeren, *Compressibility of biotic sludges - An osmotic approach. Chemical Engineering Journal*, 2011. 166(2): 678-686.
72. Curvers, D., S.P. Usher, A.R. Kilcullen, P.J. Scales, H. Saveyn, and P. Van der Meeren, *The influence of ionic strength and osmotic pressure on the dewatering behaviour of sewage sludge. Chemical Engineering Science*, 2009. 64(10): 2448-2454.
73. Keiding, K. and M.R. Rasmussen, *Osmotic effects in sludge dewatering. Advances in Environmental Research*, 2003. 7(3): 641-645.
74. Raynaud, M., J. Vaxelaire, J. Olivier, E. Dieudé-Fauvel, and J.-C. Baudez, *Compression dewatering of municipal activated sludge: Effects of salt and pH. Water Research*, 2012. 46(14): 4448-4456.
75. Sveegaard, S.G., K. Keiding, and M.L. Christensen, *Compression and swelling of activated sludge cakes during dewatering. Water Research*, 2012.
76. Yan, D., T. Parker, and S. Ryan, *Dewatering of fine slurries by the kalgoorlie filter pipe. Minerals Engineering*, 2003. 16(3): 283-289.
77. Citeau, M., J. Olivier, A. Mahmoud, J. Vaxelaire, O. Larue, and E. Vorobiev, *Pressurised electro-osmotic dewatering of activated and anaerobically digested sludges: Electrical variables analysis. Water Research*, 2012. 46(14): 4405-4416.
78. Raynaud, M., P. Heritier, J.C. Baudez, and J. Vaxelaire, *Experimental characterisation of activated sludge behaviour during mechanical expression. Process Safety and Environmental Protection*, 2010. 88(3): 200-206.
79. Tiller, F.M. and T. Green, *Role of porosity in filtration IX skin effect with highly compressible materials. AIChE Journal*, 1973. 19(6): 1266-1269.
80. Sørensen, P.B. and J.A. Hansen, *Extreme solid compressibility in biological sludge dewatering. Water Science & Technology*, 1993. 28(1): 133-143.
81. Keiding, K., L. Wybrandt, and P. Nielsen, *Remember the water-a comment on EPS colligative properties. Water Science & Technology*, 2001. 43(6): 17-23.
82. Jin, B., B.-M. Wilén, and P. Lant, *Impacts of morphological, physical and chemical properties of sludge flocs on dewaterability of activated sludge. Chemical Engineering Journal*, 2004. 98(1): 115-126.

83. Kang, S.-m., M. Kishimoto, S. Shioya, T. Yoshida, K.-i. Suga, and H. Taguchi, *Dewatering characteristics of activated sludges and effect of extracellular polymer*. *Journal of Fermentation and Bioengineering*, 1989. 68(2): 117-122.
84. Mikkelsen, L.H. and K. Keiding, *Physico-chemical characteristics of full scale sewage sludges with implications to dewatering*. *Water Research*, 2002. 36(10): 2451-2462.
85. Higgins, M.J. and J.T. Novak, *The effect of cations on the settling and dewatering of activated sludges: laboratory results*. *Water Environment Research*, 1997: 215-224.
86. Novak, J., C. Muller, and S. Murthy, *Floc structure and the role of cations*. *Water Science & Technology*, 2001. 44(10): 209-213.
87. Jorand, F., P. Guicherd, V. Urbain, J. Manem, and J. Block, *Hydrophobicity of activated sludge flocs and laboratory-grown bacteria*. *Water Science and Technology*, 1994. 30(11): 211-218.
88. Jorand, F., F. Boue-Bigne, J. Block, and V. Urbain, *Hydrophobic/hydrophilic properties of activated sludge exopolymeric substances*. *Water Science and Technology*, 1998. 37(4): 307-315.
89. Sobek, D.C. and M.J. Higgins, *Examination of three theories for mechanisms of cation-induced bioflocculation*. *Water Research*, 2002. 36(3): 527-538.
90. Bruus, J.H., P.H. Nielsen, and K. Keiding, *On the stability of activated sludge flocs with implications to dewatering*. *Water Research*, 1992. 26(12): 1597-1604.
91. Sanin, D. and P. Vesilind, *Bioflocculation of activated sludge: the role of calcium ions and extracellular polymers*. *Environmental Technology*, 2000. 21(12): 1405-1412.
92. Neyens, E., J. Baeyens, and M. Weemaes, *Hot acid hydrolysis as a potential treatment of thickened sewage sludge*. *Journal of Hazardous Materials*, 2003. 98(1): 275-293.
93. Liss, S., B. Liao, I. Droppo, D. Allen, and G. Leppard, *Effect of solids retention time on floc structure*. *Water Science & Technology*, 2002. 46(1-2): 431-438.
94. Vlyssides, A. and P. Karlis, *Thermal-alkaline solubilization of waste activated sludge as a pre-treatment stage for anaerobic digestion*. *Bioresource Technology*, 2004. 91(2): 201-206.
95. Chen, Y., S. Jiang, H. Yuan, Q. Zhou, and G. Gu, *Hydrolysis and acidification of waste activated sludge at different pHs*. *Water Research*, 2007. 41(3): 683-689.
96. Shao, L., P. He, G. Yu, and P. He, *Effect of proteins, polysaccharides, and particle sizes on sludge dewaterability*. *Journal of Environmental Sciences*, 2009. 21(1): 83-88.
97. Karr, P.R. and T.M. Keinath, *Influence of particle size on sludge dewaterability*. *Journal (Water Pollution Control Federation)*, 1978: 1911-1930.
98. Ye, F., X. Liu, and Y. Li, *Extracellular polymeric substances and dewaterability of waste activated sludge during anaerobic digestion*. *Water Science & Technology*, 2014. 70(9): 1555-1560.
99. Novak, J.T., M.E. Sadler, and S.N. Murthy, *Mechanisms of floc destruction during anaerobic and aerobic digestion and the effect on conditioning and dewatering of biosolids*. *Water Research*, 2003. 37(13): 3136-3144.
100. Morgan, J., C. Forster, and L. Evison, *A comparative study of the nature of biopolymers extracted from anaerobic and activated sludges*. *Water Research*, 1990. 24(6): 743-750.

**Second chapitre : Etude de l'impact des paramètres
opératoires sur les performances de déshydratation en
cellule de filtration tangentielle**

Effect of operating parameters on the dewatering performance of press-filters: a sensitivity analysis

Keywords: press-filter, dryness, pressure, thickness, activated sludge, dewatering, polymer

Authors: Tosoni J.^a, Baudez J.C.^a, Girault R.^a

^a UR TSCF, Irstea, Domaine des Palaquins, 03150, Montoldre, France

Publié dans *Drying Technology*, 2015, 33 (11), 1327-1338.

I. Abstract

To optimize the press-filters commonly used to dewater residual sludge, the impact of the operating parameters must be better understood.

The objectives of this paper are (1) to identify the impact of the operating parameters on press filter performances and (2) to classify the operating parameters regarding their impact on dewatering performances. Experiments were performed with conditioned activated sludge in a tangential filtration cell, and a sensitivity analysis of the process was performed.

This study emphasizes that the cake thickness and filtration pressure have the most significant impacts on dewatering efficiency. These results suggest a promising outlook for press-filter optimization.

II. Introduction

With increases in the extent and efficiency of wastewater treatment, more wastewater residues, which are known as sludge or biosolids, are being generated: approximately 10 million tonnes of solids per year are produced in the European Union. However, raw sludge from wastewater treatment (second clarifier) can contain approximately 99% water. In the liquid state, raw sludge is difficult to handle and store, and transportation is expensive. Sludge dewatering allows for the optimisation of sludge handling, making it able to be "shovelled", and reduces the congestion related to sludge storage and transport. In addition, for the

application of heap storage, sludge must reach a dryness of at least 18% to don't flow [1]. Hence, sludge can be dewatered using various processes of mechanical dewatering. The dewatered sludge, previously conditioned, can then be applied to land or incinerated [2].

Filter presses are one of the most common dewatering processes in large stations. They incorporate two dewatering steps: a filtration phase and a compacting phase of the produced cakes. During the filtration step, conditioned sludge is injected into filtration chambers using a volumetric pump. Generally, the sludge injection rate decreases with increasing pressure. Once the maximum pressure is reached, generally near 8 bars, the pressure is maintained at a constant value for a specified time. During the compacting phase, membranes compact the cakes by reducing the volume of the chamber and applying a pressure greater than 8 bars (commonly 15 bars). The second step leads to an increase in the sludge dryness. The size and number of filter chambers can vary. In industrial processes, the thickness of the filter chamber is between 40 and 60 millimetres [2]. The filtration pressure, rate of pressure increase, pressure holding time and thickness of the cake are the main operating parameters and must be optimized to improve the processing efficiency (sludge dryness, dewatering kinetics, and percentage of recovered solids).

Previous studies have reported the effect of the applied pressure on the mechanical dewatering process in filtration-compression cells (dead-end filtration). These studies agree that this pressure plays a role in the dehydration process but do not agree on its importance. Previous results have demonstrated that pressure exerts an impact only over a certain pressure range [3-5]. In addition, low pressure may be sufficient to deform the cake [6-7]. This phenomenon, associated with the effect of the osmotic pressure and water / polymer bond, opposes the applied pressure [8-10], preventing the extraction of the water linked to the sludge floc.

The cake thickness may also be a critical parameter in mechanical dewatering. A decrease in the thickness induces an increase in the final dryness and improves the kinetics. This parameter may also strongly interfere with other parameters [11], and the study of interaction effects is crucial. Further studies, particularly those that include a longer dewatering time, are needed to validate the existence of a limit thickness reported by Zhao et al. [3], beyond which the final dryness would be the same for all thicknesses. Nevertheless, most researchers consider cake thicknesses that are inferior to those used in industrial dewatering processes.

It is difficult to translate these findings to operational optimisation data for three reasons: (1) few studies have reported efficiency data other than the final cake dryness, (2) no results have been reported regarding the effect of pressure simultaneously with the other parameters, and (3) most previous reports pertain to dead-end filtration, which may differ from industrial process where cross-flow filtration processes are used.

The aim of this paper was to classify the operating parameters according to their impact on the efficiency of mechanical dewatering (sensitivity analysis). The experimental design was adapted to incorporate a sensitivity analysis. Experiments are performed in a cross-flow filtration cell to reproduce the phenomena that occur during industrial press-filter processes. Hence, the operational aim of this paper was to produce data to optimize the press-filter process.

III. Materials and methods

1. Sludge sampling and analysis

Activated sludge thickened in a static decanter, which was obtained from the wastewater treatment plant in Moulins (France), was used. For this set of experiments, a sample of sludge was collected every week. The sludge was stored at 6°C for less than 5 days prior to the experiments, enabling us to study the effects of each parameter on a same sludge sample. Ginisty [12] showed that the dewatering properties of sludge do not change when sludge is stored at 6°C for less than 5 days. *TS* and *VS*, determined according to standard methods [13], are reported in Tableau 5 for each sample.

Tableau 5 : Dryness and OM/DM ratio of each sample.

Sample	1	2	3	4	5
Dryness (g.L ⁻¹)	23.4	22.0	29.6	24.3	25.3
$\frac{VS}{TS}$	0.81	0.74	0.80	0.76	0.79

2. Sludge conditioning

Before the experiments, the sludge was conditioned with a ferric chloride solution at 45 g.L⁻¹, and a cationic polymer solution at 1 g.L⁻¹ of *AM*. The latter was provided by SNF

FLOERGER® (FLOPAM EM 640 HIB). This sludge treatment is commonly used as described by Wang et al. [14]. The optimal dose of ferric chloride was determined by measuring the *CST*. For this analysis, a 304M *CST* from Triton Electronics Limited was used. The dose was selected by analysing the change in the slope of the curve representing the *CST* as a function of the ferric chloride dose, as reported by Zhen et al. for different metal salts [15]. As shown in Figure 36, the optimal dose of ferric chloride was 6%_{TS}.

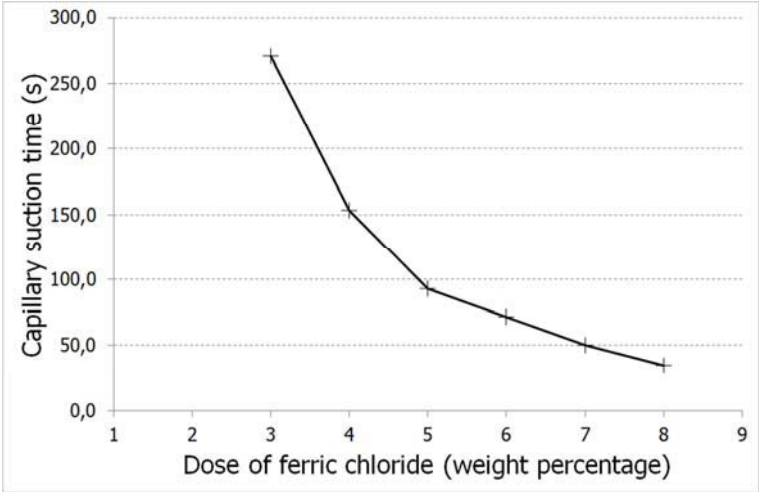


Figure 36 : Determination of the optimal dose of ferric chloride.

The optimal polymer dose was determined using a draining test, as described by Olivier et al. [16] and Ginisty et al. [17]. The selected dose was that which allowed for the extraction of a maximum volume of filtrate in 2 minutes. For the tested sludge, results of the draining test are shown in Figure 37, and the optimal dose was 7 g_{AM.kg_{TS}⁻¹} (g of *AM* per kg of total solid *TS*).

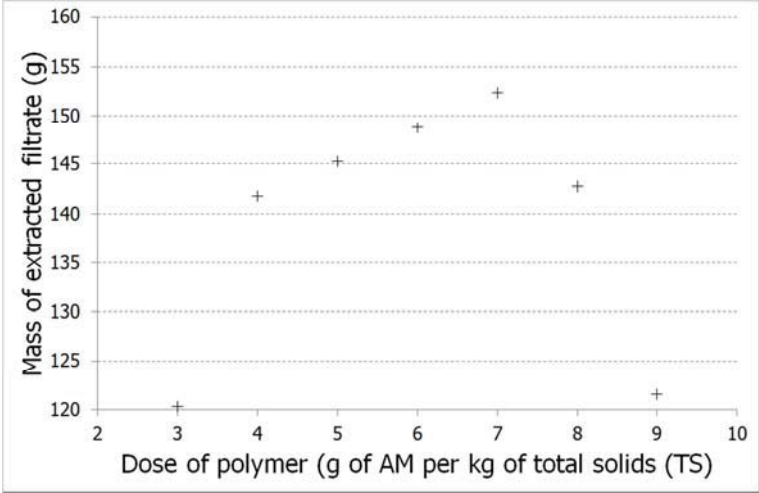


Figure 37 : Determination of the optimal dose of polymer.

The optimal doses of ferric chloride and polymer were preserved for each sample of sludge. Ten litres of conditioned sludge were prepared for each test. Ferric chloride was added to the sludge while stirring at 120 rpm for two minutes. The polymer was then added to the sludge, the flocculation was realized by four successive transfers from bucket to bucket. To obtain a conditioned sludge that was similar to that injected into press-filters, the sludge was conveyed through a volumetric pump similar to the pumps that feed industrial press-filters (PCM MoineauTM pump, $0.2 - 0.75 \text{ m}^3 \cdot \text{min}^{-1}$).

3. Tangential filtration cell

Dewatering experiments were performed in a tangential filtration cell. The experimental design, as shown in Figure 38, consisted of a 2.5-litre tank and a filtration chamber (diameter=10 cm) connected by a flexible pipe. The filter cloth was provided by SEFAR FYLTIS[®]. The reference was 23 to 1001-K-056, where 56 corresponds to the bubble point of $56 \mu\text{m}$. The pressure was applied to the tank using compressed air and was automatically monitored and recorded. The mass of the tank (balance ADAM GBK 16) and the mass of filtrate (Mettler Toledo PB3002-L) was recorded too. A rubber membrane was added before the compaction phase: a pressure of 15 bars was applied to one side of the cake through this rubber membrane.

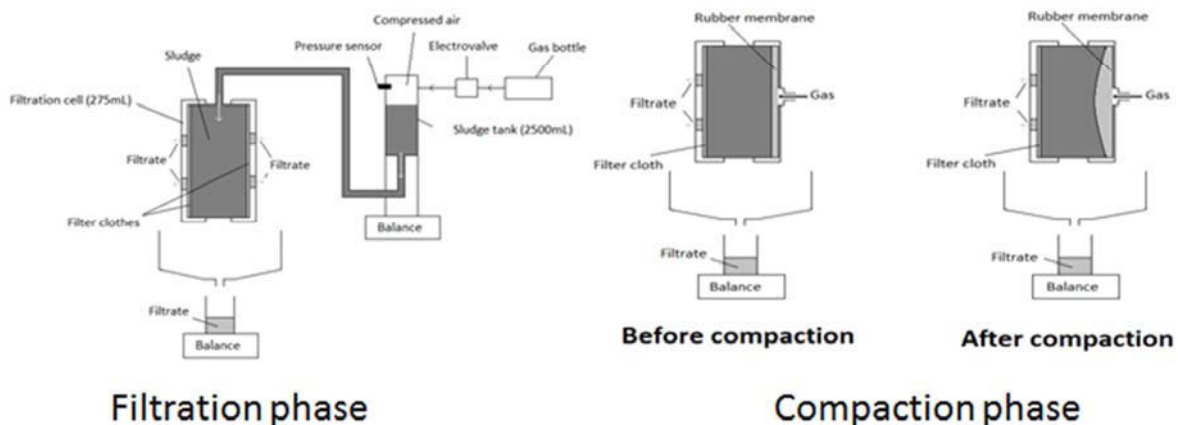


Figure 38 : Tangential filtration cell during filtration and compaction phases.

A reference dewatering cycle close to an industrial cycle was performed for each run of the experiments. For the filtration phase, the relative pressure was increased linearly from 0 to 8 bars in 1800 seconds and was then maintained for 1800 seconds. Finally, the compaction

phase was realized for 1800 seconds. The parameters described later in this study varied from this reference configuration.

At the end of the test, the dryness of the cake was characterized based on the mean dryness of the cake and the dryness cartography. Hence, the cake obtained after the compaction phase was cut into 8 pieces, as shown in Figure 39.

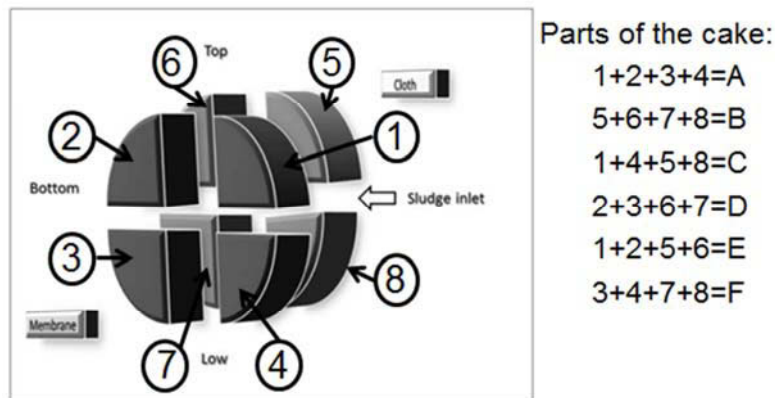


Figure 39 : Considered part of the cake for dryness cartography.

Then, the average solid concentration of each part of the cake was measured according to standard methods [13]. The dryness of each part of the cake and the mean dryness of the cake were determined. The dryness of the cake before the compaction phase was calculated considering the final mean dryness and the mass of the filtrate that was collected during the compaction phase. Different masses of the filtrate at crucial times of the dewatering process were also investigated in order to study the impact of operating parameters on dewatering kinetics. For comparison with other tests, the reported values are dimensionless and expressed as a percentage of the total mass of the filtrate that was extracted during the considered phase (filtration or compaction).

4. Experimental design

The effects of several operating parameters, as shown in Figure 40, were studied in this paper, which included the filtration pressure, the rate of pressure increase, the pressure holding time, the method of applying pressure (ramp or steps) and the cake thickness.

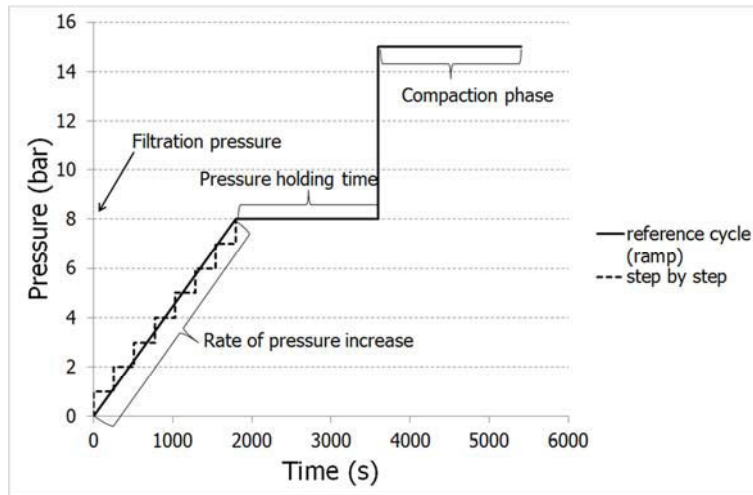


Figure 40 : Studied operating parameters for dewatering experiments, represented on the graph of the protocol for pressure application.

To ensure that the sludge was stored for less than 5 days before experiments, the experimental design was divided into 5 runs. Each run was used to investigate the impact of one parameter and its interaction with pressure filtration. A “reference test” was common to all of the runs.

The first run allowed us to study the impact of pressure filtration. Five pressures between 3 and 15 bars were tested. Runs 2, 3 and 4 incorporated factorial experimental designs with 3 levels. The second run was used to study the impact of the rate of the pressure increase: 3 rates of pressure increases for the 3 filtration pressures (3, 8 and 15 bars) were studied. The third run was used to study the pressure holding time: 3 pressure holding times for the 3 filtration pressures (3, 8 and 15 bars) were studied. The fourth run was used to study the cake thickness: 3 thicknesses (25, 35 and 45 mm) for the 3 filtration pressures (3, 8 and 15 bars). These runs allowed us to study the interactions with the pressure filtration. The last run incorporated a factorial design with a discrete factor (method to apply pressure). Non-continuity of this factor involved treating the last run individually when analysing the results.

Repeatability and reproducibility were also studied. A triplicate of the reference cycle was performed to study the repeatability. The results of experiments performed with the reference protocol for each run were compared to study the reproducibility.

5. Analysis of the results: sensitivity analysis

A statistical analysis of the results of each run was performed using Statgraphics® software and performing an analysis of variance (ANOVA). This method allows for the identification of the parameters and interactions that significantly influence the dewatering efficiency.

The sensitivity indexes were calculated as described by Girault et al. [18] and Dochain et al. [19]:

$$\delta_{ij} = \frac{p_i}{OF_j(p_i)} \times \frac{OF_j(p_i + \Delta p_i) - OF_j(p_i)}{\Delta p_i} \times 100 \quad (1)$$

Equation (1): Sensitivity index defined for each objective function and each parameter. ($OF_j(p_i)$: Objective function j estimated with p_i as the value of the parameter considered; Δp_i : Absolute variation of the parameter p_i ; δ_{ij} : Sensitivity index for the objective function OF_j and the parameter p_i .)

A high index of sensitivity reveals an influencing factor (i.e., a sensitive parameter).

The sensitivities of the different operating parameters were assessed for several indicators of the performance of the process (objective functions in the sensitivity index equation):

- The dryness of the cake (dryness before and after compaction);
- The dryness cartography, which was evaluated by comparing the homogeneity of the dryness of the cake after compaction (dryness of part x on the average dryness);
- The dewatering kinetics, which were evaluated by comparing the proportion of the extracted filtrate at many time points of the dewatering cycle, such as the ratio of the filtrate mass at the midpoint of the pressure rise to the total filtrate mass, the ratio of the filtrate mass at the midpoint of the pressure holding time to the total filtrate mass, and the ratio of the filtrate mass at the midpoint of compaction phase to the total compaction filtrate mass.

IV. Results

1. Repeatability and reproducibility

The tests were performed in triplicate on the same sludge according to the reference protocol (defined in the “Experimental design” paragraph in the materials and methods section).

The following experimental results were analysed to evaluate the repeatability of dewatering experiments: the dryness of the cake and its distribution, the mass of the filtrate extracted at the midpoint of the rise in pressure, the mass of the filtrate extracted at the midpoint of the pressure holding time, and the mass of the filtrate extracted at the midpoint of the compaction phase. For all data, the *RSD* was less than 5%, as shown in Tableau 6.

Tableau 6 : Repeatability of dewatering experiments.

	Test 1	Test 2	Test 3	RSD (%)
Dryness before compaction (%)	20.1	20.9	20.5	1.11
Dryness after compaction (%)	21.6	21.5	21.2	0.97
Dryness of part A on the average dryness	98%	98%	99%	0.59
Dryness of part B on the average dryness	102%	102%	101%	0.57
Dryness of part C on the average dryness	104%	101%	101%	1.70
Dryness of part D on the average dryness	96%	99%	99%	1.77
Dryness of part E on the average dryness	100%	101%	101%	0.57
Dryness of part F on the average dryness	100%	99%	99%	0.58
Filtrate mass at the half of the pressure rise on total filtrate mass	72%	78%	79%	4.96
Filtrate mass at the half of pressure holding time on total filtrate mass	98%	89%	94%	4.81
Filtrate mass at the half of compaction phase on total compaction filtrate mass	66%	69%	67%	2.27

For the mean dryness of the cake, the *RSD* values were therefore 0.97% and 1.11% before and after the compaction, respectively. Thus, experiments were very repeatable, and this *RSD* value was extended to all of the experimental results, which were not repeated 3 times.

To evaluate the reproducibility of experiments, the same reference experiment was performed with five sludge samples from the same wastewater treatment plant. The results shown in Tableau 7 highlight that the *RSD* of the dryness of the cake was over 7%.

Tableau 7 : Reproducibility tests of dewatering experiments.

	Block 1	Block 2	Block 3	Block 4	Block 5	RSD (%)
Dryness before compaction (%)	19.87	19.28	22.56	20.50	18.37	7.83
Dryness before compaction (%)	20.93	20.21	23.46	21.19	19.48	7.13
Dryness of part A on the average dryness	96%	97%	95%	97%	97%	0.93
Dryness of part B on the average dryness	104%	103%	105%	103%	103%	0.86
Dryness of part C on the average dryness	102%	102%	99%	98%	100%	1.79
Dryness of part D on the average dryness	98%	98%	101%	102%	100%	1.79
Dryness of part E on the average dryness	100%	100%	102%	100%	101%	0.89
Dryness of part F on the average dryness	100%	100%	98%	100%	099%	0.90
Filtrate mass at the half of the pressure rise on total filtrate mass	66%	79%	66%	76%	59%	11.80
Filtrate mass at the half of pressure holding time on total filtrate mass	97%	99%	98%	96%	88%	4.6
Filtrate mass at the half of compaction phase on total compaction filtrate mass	80%	66%	67%	68%	61%	10.27

In addition, the *RSD* of the dewatering kinetics indicators were between 4.6% and 11.8%. Therefore, except for the distribution of the dry content in the compacted cake, the *RSD* values were above 5%. These results are explained by the variability of the sludge due to the wastewater treatment process. The statistical analysis of the results was processed independently for each run associated with one sampling.

2. Impact of operating parameters

a. Impact of filtration pressure.

The impact of filtration pressure on the dryness of the cake is shown in Figure 41. The curves representing the dryness of the cake before and after compaction as a function of the filtration pressure have the same logarithmic shape.

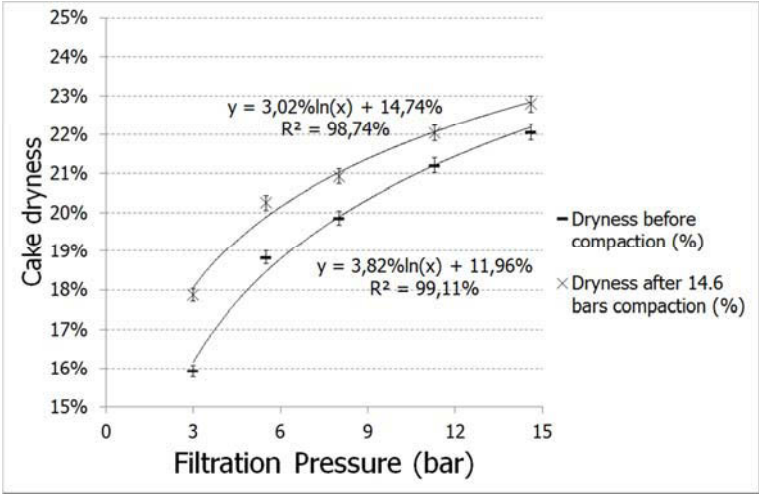


Figure 41 : Impact of the filtration pressure on the cake dryness.

The compaction step improves the dryness of the cake, but its efficiency decreases as the filtration pressure increases (a gain of 1.9% for 3 bars compared to a gain of 0.7% for 14.6 bars). This result is explained by the fact that a higher filtration pressure can extract more free water. Compaction is thus less efficient because a large part of the free water is already extracted. The compaction has an effect even when the compaction pressure and the filtration pressure are the same. This result can be explained by the fact that during the filtration phase, raw sludge continuously enters the cell. Hence, slightly dewatered sludge is present at the beginning of the compaction.

Figure 42 highlights the effect of the filtration pressure on the dryness cartography of the cake. The ratio of “the dryness of a part of the cake” to “the average dryness of the cake” is

plotted. A ratio of 100% represents the average concentration; a lower value represents a less concentrated area, and a higher value represents a more concentrated area.

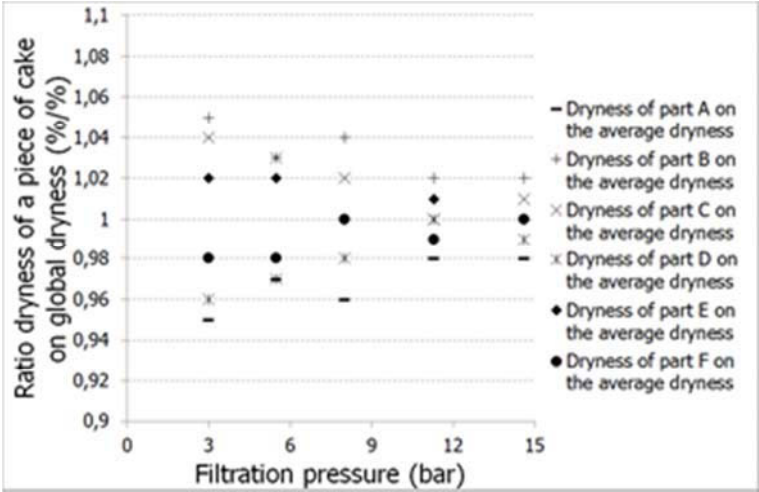


Figure 42 : Impact of the pressure on the dryness heterogeneity in the cake.

The results demonstrate that, when the filtration pressure increases, the ratio of each area of the cake tends towards 100%. Therefore, the pressure improves the homogeneity of the cake.

Figure 43 shows the effect of the filtration pressure on the dewatering kinetics.

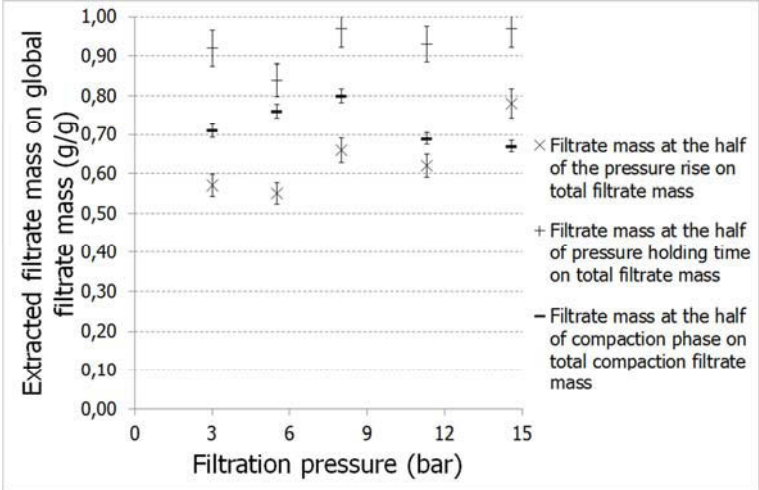


Figure 43 : Impact of the filtration pressure on dewatering kinetics.

The filtrate mass at the midpoint of the rise in pressure increases with the value of the pressure, whereas the filtrate masses at the midpoint of the holding time pressure and at the midpoint of the compaction are constant. Hence, the pressure rise time, not the pressure value, impacts the kinetics of dewatering: when the rate of pressure increase is constant for each pressure, a higher pressure causes a longer pressure rise time.

b. Impact of pressure holding time.

Three filtration pressures (3, 8 and 14.6 bars) and 3 pressure holding times (900, 1800 and 2700 seconds) are studied. The raw results are presented in Figure 44.

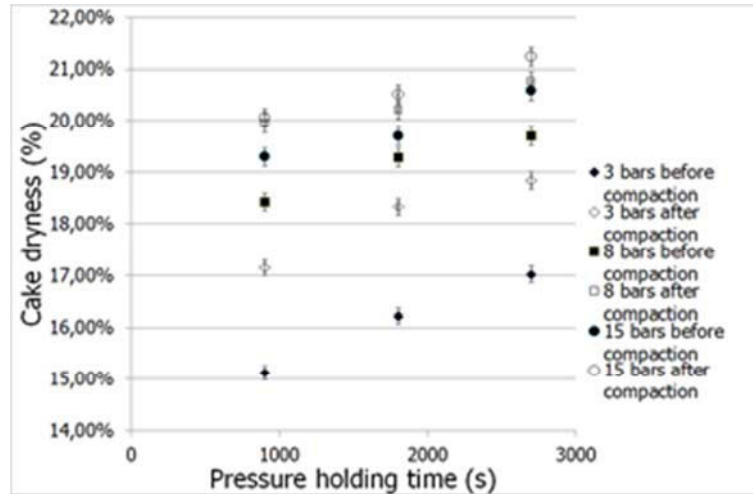


Figure 44 : Impact of the pressure holding time during the filtration phase on the cake dryness.

For each pressure studied, a greater pressure holding time increase causes a higher dryness. This increase in the dryness appears to be linear.

The statistical analysis of this run allows us to study the interaction of the pressure holding time with the pressure and to identify whether the effects are significant.

The analysis of this experimental run demonstrates the independence of the effect associated with the filtration pressure and with the pressure holding time, as shown in Figure 45.

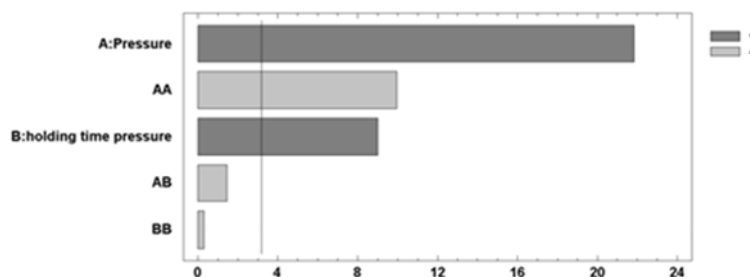


Figure 45 : Standardized Pareto diagram for the analysis of the effect of filtration pressure and pressure holding time on the average dryness of the cake.

In addition, the pressure holding time only affects the cake dryness (before and after compaction).

c. Impact of rate of pressure increase.

Three rates of pressure increase are studied for three pressures (3, 8 and 14.6 bars). The change in the rate of pressure increase slightly modifies the dewatering performance: at 8 bars, an increase from $0.18 \text{ bar}\cdot\text{min}^{-1}$ to $0.53 \text{ bar}\cdot\text{min}^{-1}$ (factor 3) causes a loss in dryness of less than 0.5%.

The statistical analysis of this run allows us to study the interaction between the effects of the rate of pressure increase with the effects of pressure and to determine whether the effects are significant. No significant effects in the rate of pressure increase or its interactions with pressure are demonstrated. The effect of this operating parameter on the considered performance is low for the ranges that are studied.

d. Impact of the pressure application mode.

Two pressure application modes (ramp or successive steps) are studied for three different filtration pressures (3, 8 and 14.6 bars). The results are presented in Figure 46.

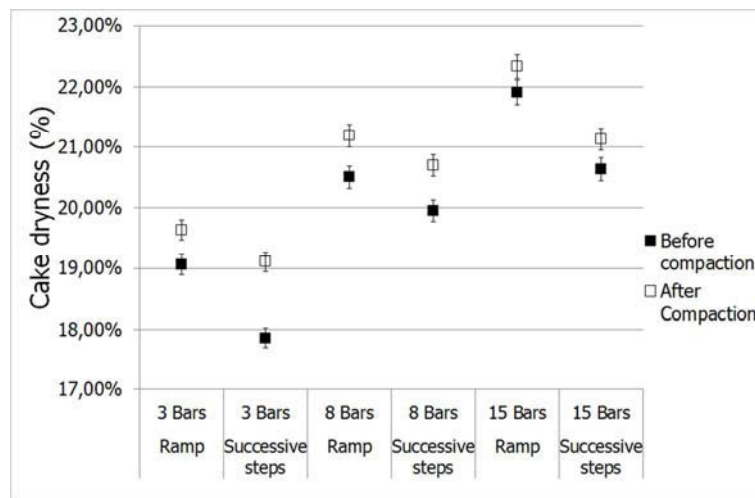


Figure 46 : Impact of the pressure application mode on the cake dryness

The pressure increase with successive steps causes a decrease in the dryness (a decrease of 1.2% at 3 bars, a decrease of 0.5% at 8 bars and a decrease of 1.3 % at 15 bars). The statistical analysis of this run allows us to study the interaction of the pressure application mode with the pressure and to determine whether the effects are significant. Even if the same trends are observed for each pressure, the differences are not statistically significant.

e. Impact of the cake thickness.

Three filtration pressures (3, 8 and 14.6 bars) and three cake thickness values (25, 35 and 45 mm) are studied. The results are presented in Figure 47.

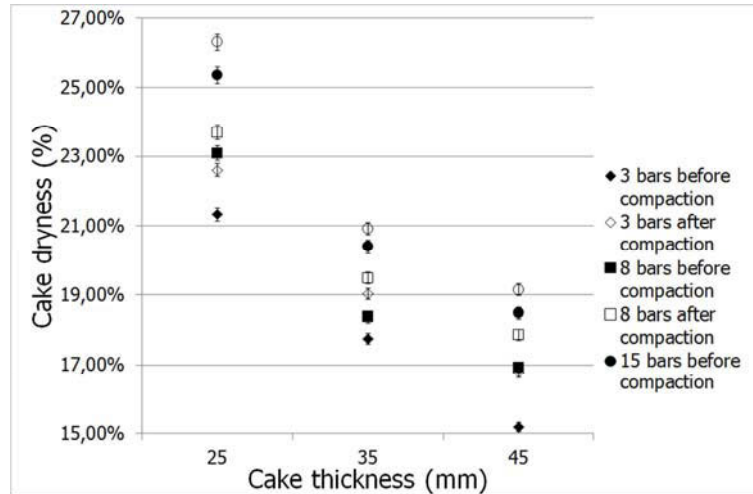


Figure 47 : Impact of the cake thickness on the cake dryness

For the 3 pressures studied, a decrease of 10 mm in the thickness leads to a higher dryness (approximately 4.4%), and an increase in the thickness leads to a loss of dryness (approximately 2%). The effects of the thickness of the cake are not linear.

The statistical analysis of this run allows us to study the interaction of the cake thickness with the pressure and to determine whether the effects are significant.

The analysis of this run demonstrates that the effects of the filtration pressure and the cake thickness are independent. In addition, the cake thickness has significant effects on the cake dryness (before and after compaction), the dryness cartography in the cake, and the dewatering kinetics.

3. Sensitivity analysis of the operating parameters

The sensitivity indexes are calculated for the operating parameters that were previously identified as significant. In addition, due to the non-continuity of the pressure application mode, it is not possible to determine the sensitivity indexes for that run. The results are presented for each dewatering efficiency indicator (mean cake dryness, dryness cartography into the cake and dewatering kinetics).

a. Cake dryness.

Figure 48 shows the sensitivity indexes associated with the dryness of the cake. The + symbol corresponds to an increase in the parameter, and the – symbol represents a decrease in the parameter.

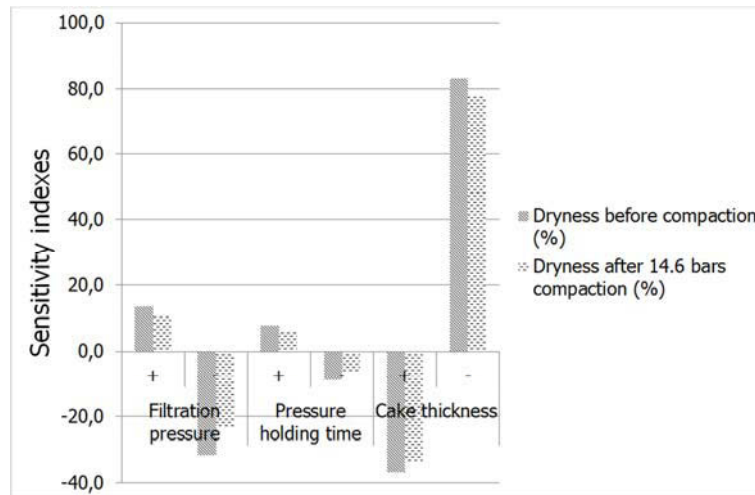


Figure 48 : Sensitivity indexes and cake dryness.

Regardless of the operating parameter, the same trends are observed before and after compaction. Compaction slightly reduces the absolute value of the sensitivity indexes. The results demonstrate that the thickness of the cake is the most sensitive parameter. A decrease in the cake thickness from the reference thickness has a greater impact than an increase in the thickness from the reference thickness (the index value is 83.2% for a thickness reduction compared to 37.0% for a thickness increase). Similarly, a decrease in the filtration pressure from the reference pressure (sensitivity index value = 31.7%) has a greater influence than a pressure increase (sensitivity index value = 13.4%). Nevertheless, the sensitivity index values for the filtration pressure are inferior to the index values for the cake thickness. These results emphasize that the filtration pressure is less sensitive than the cake thickness. In addition, the holding pressure time has a small impact on the dryness, as its sensitivity index values are less than 10%. Hence, this parameter is less sensitive than cake dryness and filtration pressure.

b. Dryness cartography.

Figure 49 shows the sensitivity indexes associated with the dryness cartography in the cake.

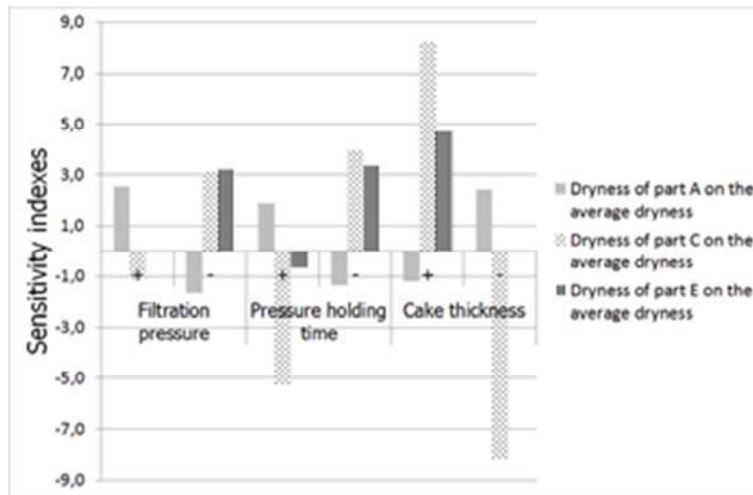


Figure 49 : Sensitivity indexes for dryness cartography in the cake.

Variations in the operating parameters lead to small changes in the dryness cartography (sensitivity index values less than 10%). The most influencing parameter on the distribution of the water is cake thickness (the average of the absolute values of the sensitivity indexes is 4.1%), followed by pressure holding time (the average of the absolute values of the sensitivity indexes is 2.8%). Finally, the filtration pressure is the least sensitive parameter and very slightly affects the dryness cartography of the cake (the mean absolute value of the sensitivity indexes is 2.0%).

c. Dewatering kinetics.

Figure 50 shows the sensitivity indexes associated with dewatering kinetics. Only the thickness affects the ratio of the filtrate mass at the midpoint of the pressure holding time to the total filtrate mass. A decrease in the cake thickness from the reference thickness has a greater impact than an increase in the thickness from the reference thickness (the index value is 29.5% for a thickness reduction compared to 4.0% for a thickness increase).

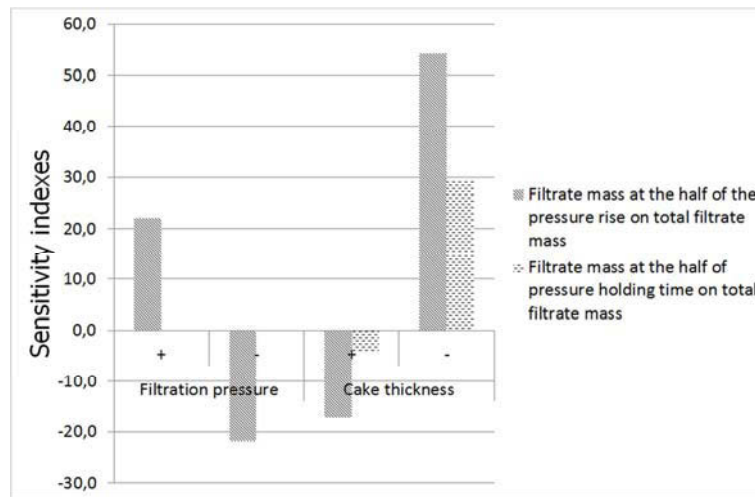


Figure 50 : Sensitivity indexes and dewatering kinetics.

A decrease in the cake thickness from the reference thickness strongly affects the ratio of the filtrate mass at the midpoint of the pressure rise to the total filtrate mass (the index value is 54.2%), but an increase in the cake thickness has a smaller affect than a pressure variation (the index value is 17.3% for a cake thickness increase compared to 22% for a pressure increase and 21.8% for a pressure decrease).

V. Discussion

1. The effect of pressure on dewatering efficiency

There is no consensus in the literature regarding the effect of filtration pressure on dewatering efficiency. For the ranges studied here, the pressure always has an effect. However, the pressure has a smaller effect on the performances when its value increases, as shown in Figure 6 (a mean gain dryness of 1.2% for each bar from 3 to 5.5 bars compared to 0.3% from 11.3 to 14.6 bars). The obtained cake dryness is logarithmic and is a function of the applied pressure. These results are not consistent with the conclusions of Raynaud et al. [17] and Ginisty et al. [14]. These studies do not highlight a decrease in the effect of the pressure for high pressure values. However, Raynaud et al. [17] did not investigate pressure values above 7 bars. In this study, the effect of pressure decreases for pressure values above 8 bars. Ginisty et al. [14] investigated the impact of pressure from 4 to 30 bars. Nevertheless, these results were obtained using a filtration-compression cell (dead-end filtration). Hence, the filtration phenomenon and dewatering efficiency may differ from those observed in this study, in which cross-flow filtration was performed. In addition, the reports stated that the impact of pressure in filtration-compression experiments depends on the cake thickness. Ginisty et al. [12]

reported a much lower cake thickness (between 5 and 10 mm) compared to this paper (between 25 and 45 mm). Hence, the differences in the experimental design between these two studies may explain the differences observed in the results. In addition, the reduced effects of pressure when this parameter is increased were previously observed by Zhao and Bache for highly compressible sludge (alum sludge) [2], which may be because osmotic pressure is the limiting parameter for high pressure values, as highlighted by Keiding et al. [8]. Therefore, for high pressure values, as long as the osmotic pressure value is not reached, no additional water can be extracted and, consequently, the pressure value has a small effect on the dewatering efficiency. In addition, the pressure values do not impact the dewatering kinetics. These results are consistent with previous studies performed in dead-end filtration [4, 5]. Raynaud et al. [17] highlighted that the pressure does not affect the dewatering kinetics during the filtration phase but does affect the kinetics during the compression phase (here, the filtration and compression phases correspond to the physical dewatering phases and not to the steps of a filter-press cycle). Nevertheless, as this study was performed in a cross-flow dewatering cell under continuous feeding, filtration and compression occurred together during the experiment in the different parts of the cake. Hence, as the major part of the filtrate is due to filtration phenomena, even if the pressure value affects the dewatering rate during compression, this effect can be considered as non-significant.

Concerning the impact of the pressure on the dryness cartography of the cake, the increase in the applied pressure induces a reduction in the heterogeneity of the cake, as shown in Figure 7. This phenomenon can be explained by the filtration equations. According to the Darcy laws, the filtration rate depends on the properties of the material and the applied pressure:

$$\vec{q} = -\frac{k}{\mu} (\vec{\nabla}p - \rho\vec{g}) \quad (2)$$

The heterogeneity of the dryness of the cake implies that the flow of the filtrate is not identical at each point of the cake (the entry point is rejected due to continuous sludge injection). According to Darcy's law, the pressure is not identical at all points, which demonstrates the existence of a pressure drop between the inlet and the bottom of the filtration cell. Because the pressure drop is a function of the permeability of the media and of the dynamic viscosity of the filtrate, for a non-compressible material, it does not depend on the pressure. Hence, increasing the pressure yields a more homogeneous cake because lower pressures induce greater effects. Although qualitatively explaining the observed phenomenon,

these findings are not directly translatable to compressible materials such as sludge for which the permeability can vary with the pressure.

As shown in Figure 8, the rate of the pressure increase does not significantly affect the studied range. However, according to Figure 11, a continuous increase leads to a higher dryness compare to successive 1-bar step increases, which may be due to the effect of the pressure application mode on the cake structure. Hence, when the pressure instantaneously increases by 1 bar, the filtrate flow sharply increases for a short duration. This large increase in the shear rate at the surface of the flocs can the flocs to break due to erosion [20]. This floc erosion and the migration of the free particles can decrease the porosity of the cake and promote clogging of the filter cloth, and, consequently, decrease the dewatering efficiency. These findings confirm the results of Olivier et al. [21], who demonstrated that if the pressure (1.5 bar) is applied instantaneously to the filtration-compression cell, the sludge dryness is lower than the progressively applied pressure.

As shown in Figure 9, the pressure holding time has a minimal constant effect over the studied time period, but an asymptote is not reached. The continuous process slowly converges to the maximum, and the duration of the dewatering experiments in this study is shorter than the duration for which the filtrate mass reaches an asymptote in filtration-compression experiments (more than 4 hours in Ginisty et al. [12])

2. The effect of thickness on dewatering efficiency

The effects of the thickness presented in Figure 12 are consistent with sludge studies that have reported difficulty in dewatering, such as alum sludge [3], coal [11], and activated sludge [2, 22-23]. Previously reported results obtained using dead-end filtration are confirmed in tangential filtration. Hence, as highlighted by Darcy's law, the kinetics of dewatering and final dryness are mainly governed by the pressure gradient. However, an increase in the cake thickness induces an increase in the length of the path of the filtrate to the cell and, consequently, for a constant pressure at the entrance of the cell, it decreases the pressure gradient into the cake. Therefore, an increase in the cake thickness induces a decrease in the dewatering kinetics and efficiency. For hydrophilic materials, such as waste activated sludge, other phenomena in addition to Darcy filtration have to be taken into account, such as osmotic effects. However, such phenomena are also driven by the pressure gradient. As a

consequence, the pressure gradient is the critical parameter for explaining the effect of cake thickness on dewatering efficiency.

3. Sensitivity analysis of the operating parameters

The method presented here is inspired by the sensitivity analysis of the parameters of numerical models. It allows for the prioritization of parameters (key point for the industry) and is easy to implement. However, it is difficult to apply to discrete variables and only allows for local studies near the reference point, reducing the validity domain of the results. More comprehensive approaches exist, but they are reserved exclusively for applications with numerical models.

The results highlight that the effect of cake thickness is strongly superior to the effect of filtration pressure, as demonstrated in Figures 13, 14 and 15. The effects of these two parameters are not independent. Considering the filtration theory, the kinetics of dewatering and final dryness are primarily governed by the pressure gradient. As the mean path of the filtrate for each face of the cell is a line between the entry of the cell and the centre of each clothe, a mean pressure gradient can be calculated. Using this calculation, the sensitivity of the pressure should be superior to that of cake thickness, although this conclusion is not consistent with the results found here. To complete this investigation, Figure 51 shows the cake thickness as a function of pressure gradient for the experiment run, highlighting the interaction of the effect of cake thickness and pressure.

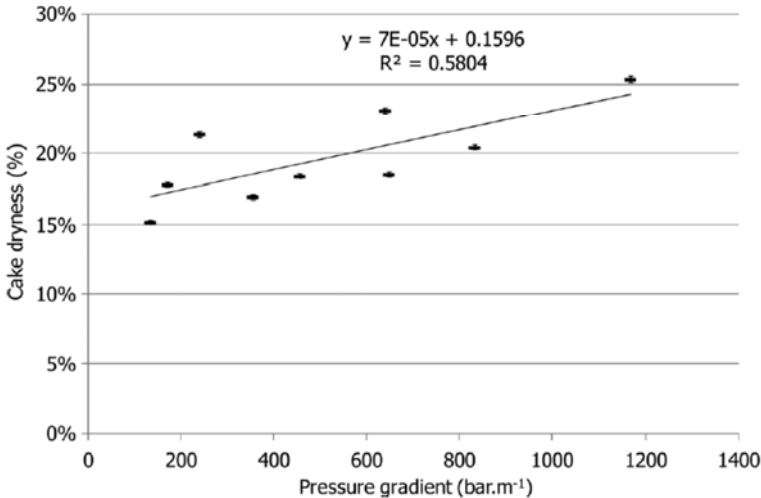


Figure 51 : Correlation between the pressure gradient and the cake dryness.

This graph highlights the tendency of the cake dryness to increase with the pressure gradient but does not establish a direct link between the pressure gradient and the dryness of the cake. These results can be explained by the hypothesis regarding the mean path of the filtrate into the cake. Further data describing the behaviour of the filtrate into the cake are necessary to consolidate the calculation of the pressure gradient, such as modelling of sludge dewatering into the cross-flow cell. In addition, more complex phenomena in addition to those considered by Darcy's law have to take into account, such as the effects of the osmotic pressure [8-9] and the behaviour of the solid.

The investigated parameters moderately affect the distribution of the water in the cake along the “sludge inlet-bottom” axis. The observed heterogeneities are partially smoothed due to compaction. Other factors, such as the size and shape of the filtration cell, should have an impact.

To optimize industrial press filters, the most sensitive parameter is the cake thickness. However, the decrease in the volume of filtration chambers reduces the processing capacity of the filter. Nevertheless, this study highlights that a decrease in the cake thickness increases the dewatering kinetics. Hence, a decrease in the cake thickness could allow for a decrease in the duration of the dehydration cycle. It is up to each industrial site to determine if a reduction in thickness would be beneficial to its process. It is also of interest to study the variations in the percentage of recovered solids. Raynaud [24] showed the degradation of the percentage of recovered solids under extreme pressures.

VI. Conclusion

This paper reveals that cake thickness is the key parameter in dewatering, followed by pressure filtration. The pressure holding time slightly affects the dewatering performance for the studied domain. These results open the door for optimizing the dewatering process in filter presses.

The results highlight that the effect of pressure and cake thickness are linked to the effect of the pressure gradient on filtrate extraction during mechanical dewatering. Nevertheless, to better understand the impact of this parameter, characterization of the filtrate flow into the cake is required. Future studies could utilize 3D-modelling approaches to identify the pressure applied to each part of the cake and the related filtrate flow path. In addition, other

phenomena, such as the osmotic pressure into the flocs and solid behaviour, must be taken into account.

Finally, to complete this study, the effect of the sludge properties on the results of the sensitivity analysis should be investigated. Specially, the effect of anaerobic digestion, flocculation mode and storage duration should be evaluated in the future.

VII. Nomenclature

1. Abbreviation

TS: total solid content

VS: ratio of the volatile solids to the total solids

AM: active matter

CST: capillary suction time (s)

RSD: relative standard deviation

2. Other

$OF_j(p_i)$: Objective function j estimated with p_i as the value of the parameter considered

Δp_i : Absolute variation of the parameter p_i

δ_{ij} : Sensitivity index for the objective function OF_j and the parameter p_i

\vec{q} : Filtration rate (m.s-1)

p : Pressure (Pa)

ρ : Density (kg.m-3)

μ : Dynamic viscosity (kg.m-1.s-1)

\vec{g} : Gravity acceleration vector (m.s-2)

k : Permeability (m²)

VIII. Acknowledgements

This project was supported by the French ONEMA (Office National de l'Eau et des Milieux Aquatiques) and Auvergne Region.

IX. References

1. Boeglin, J.-C., *Traitements et destinations finales des boues résiduaires*. 2000: Ed. Techniques Ingénieur.
2. Raynaud, M., P. Heritier, J.C. Baudez, and J. Vaxelaire, *Experimental characterisation of activated sludge behaviour during mechanical expression*. *Process Safety and Environmental Protection*, 2010. 88(3): 200-206.
3. Zhao, Y. and D. Bache, *Integrated effects of applied pressure, time, and polymer doses on alum sludge dewatering behaviour*. *Waste Management*, 2002. 22(7): 813-819.
4. Sørensen, B.L. and P.B. Sørensen, *Structure compression in cake filtration*. *Journal of Environmental Engineering*, 1997. 123(4): 345-353.
5. Tiller, F.M. and J.H. Kwon, *Role of porosity in filtration: XIII. Behavior of highly compactible cakes*. *AIChE Journal*, 1998. 44(10): 2159-2167.
6. Dominiak, D., M. Christensen, K. Keiding, and P.H. Nielsen, *Gravity drainage of activated sludge: New experimental method and considerations of settling velocity, specific cake resistance and cake compressibility*. *Water Research*, 2011. 45(5): 1941-1950.
7. Sveegaard, S.G., K. Keiding, and M.L. Christensen, *Compression and swelling of activated sludge cakes during dewatering*. *Water Research*, 2012.
8. Keiding, K. and M.R. Rasmussen, *Osmotic effects in sludge dewatering*. *Advances in Environmental Research*, 2003. 7(3): 641-645.
9. Curvers, D., H. Saveyn, P.J. Scales, and P. Van der Meeren, *Compressibility of biotic sludges - An osmotic approach*. *Chemical Engineering Journal*, 2011. 166(2): 678-686.
10. Curvers, D., S.P. Usher, A.R. Kilcullen, P.J. Scales, H. Saveyn, and P. Van der Meeren, *The influence of ionic strength and osmotic pressure on the dewatering behaviour of sewage sludge*. *Chemical Engineering Science*, 2009. 64(10): 2448-2454.
11. Sung, D.J. and B.K. Parekh, *A parametric study of dewatering of fine coal*. *Coal preparations*, 1996. 17: 25-38.
12. Ginisty, P., F. GUEI, R. Girault, J. Tosoni, J. Olivier, and J. Vaxelaire, *Dryness limit: a useful parameter to assess sludge dewatering*. *Filtech 2013, Octobre 22-24, 2013, Wiesbaden, Germany*, 2013.
13. Awwa, A., *Standard methods for the examination of water and wastewater*. Washington, DC *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 1998. 20.
14. Degrémont, *Mémento technique de l'eau*. Vol. 1. 2005: Ed. Techniques Ingénieur.
15. Zhen, G., X. Lu, B. Wang, Y. Zhao, X. Chai, D. Niu, A. Zhao, Y. Li, Y. Song, and X. Cao, *Synergetic pretreatment of waste activated sludge by Fe(II)-activated persulfate oxidation under mild temperature for enhanced dewaterability*. *Bioresource Technology*, 2012. 124: 29-36.
16. Olivier, J., J. Vaxelaire, and P. Ginisty, *Gravity drainage of activated sludge: from laboratory experiments to industrial process*. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 2004. 79(5): 461-467.
17. Ginisty, P., J. Olivier, J. Vaxelaire, and V. Lafitte, *Correlation between floc characteristics and drainability properties: how to define a good flocculation*. *11th World Filtration Congress, WTC 2012, Session L-14 Preatreatment, Graz (Austria), 16-20 April 2012*, 2012.
18. Girault, R., P. Rousseau, J. Steyer, N. Bernet, and F. Beline, *Combination of batch experiments with continuous reactor data for ADMI calibration: application to anaerobic digestion of pig slurry*. *Water Science & Technology*, 2011. 63(11): 2575-2582.
19. Dochain, D. and P.A. Vanrolleghem, *Dynamical modelling and estimation in wastewater treatment processes*. 2001: IWA publishing.
20. Jarvis, P., B. Jefferson, J. Gregory, and S.A. Parsons, *A review of floc strength and breakage*. *Water Research*, 2005(39): 3121-3137.
21. Olivier, J. and J. Vaxelaire, *The prediction of filter belt press dewatering efficiency for activated sludge by experimentation on filtration compression cells*. *Environmental Technology*, 2004. 25(12): 1423-1430.

22. Citeau, M., J. Olivier, A. Mahmoud, J. Vaxelaire, O. Larue, and E. Vorobiev, *Pressurised electro-osmotic dewatering of activated and anaerobically digested sludges: Electrical variables analysis*. *Water Research*, 2012. 46(14): 4405-4416.
23. Yan, D., T. Parker, and S. Ryan, *Dewatering of fine slurries by the kalgoorlie filter pipe*. *Minerals Engineering*, 2003. 16(3): 283-289.
24. Raynaud, M., *COUPLAGE DE CARACTERISATION MECANIQUE ET PHYSICO-CHIMIQUE EN VUE D'ANALYSER LES LIMITES DE LA DESHYDRATATION DES BOUES RESIDUAIRES URBAINES*. 2010.

**Troisième chapitre : Impact des caractéristiques des boues
sur les performances de déshydratation mécanique des
boues en cellule de filtration tangentielle : focus sur
l'impact de la digestion anaérobie.**

Impact of the hydraulic retention time in an anaerobic digester on sludge dewatering efficiency

Authors: J. Tosoni^a, R. Girault^a, S. Berthault^a, J. Clément^a, J.C. Baudez^a

^a UR TSCF, Irstea, Domaine des Palaquins, 03150, Montoldre, France

Keywords: Dewatering, Anaerobic digestion, sludge, polymer, ferric chloride, osmotic pressure

Soumis à *Waste Management*.

I. Abstract

The objective of this paper is to understand the impact of the hydraulic retention time (HRT) in an anaerobic digester on digested sludge dewatering efficiency considering cake dryness, conditioning dosing and liquor recycling. To this purpose, the experimental approach is based on the combination of (i) anaerobic digestion experiments in batch reactors, (ii) usual physicochemical characterization of sludge before, during and after digestion experiments and (iii) dewatering experiments in a cross-flow filtration cell (reproducing the process of a filter-press at the laboratory scale) and in a laboratory centrifuge. The correlation between sludge properties during anaerobic digestion and dewatering key parameters is underlined. This study shows that at any HRT, anaerobic digestion negatively impacts conditioning dosing and dewatering efficiency. In addition, dewatering efficiency and conditioning dosing are strongly dependent on the HRT below a critical value. For upper HRT values, the impact of this parameter is minor on sludge conditioning and dewatering efficiency. However, this study shows that at an industrial scale, negative impacts of anaerobic digestion on dewaterability and conditioning dosing can be balanced by total solid reduction.

II. Introduction

As the extent and efficiency of wastewater treatment increase, increasingly more sludge or biosolids are generated, e.g., approximately 10 million tons of solids per year in the European Union. The cost of sludge treatment is greater than 50% of the total cost of wastewater treatment [1]. In addition, sludge treatment and management contribute strongly to its environmental impact [2-3]. To limit these impacts, sludge is always mechanically dewatered to decrease the volume and sometimes anaerobically digested to reduce the amount of dry matter prior to dewatering. This process also allows for energy production. However, its impact on the reduction of sludge production is strongly linked to the efficiency of mechanical dewatering processes for digested sludge.

Sludge dewatering has been studied by several authors who highlight the complexity of processes associated with mechanical dewatering. Hence, Tosoni et al. [4] showed that dewatering efficiency in press-filters is strongly dependant on applied cake thickness and pressure. Curvers et al. [5] and Keiding et al. [6] showed that dewatering efficiency is mainly driven by the osmotic gradient between two compartments: (1) sludge flocs (suspended solids and the sludge extracellular polymer matrix), which can be considered as a weakly charged cross-linked poly-anion gel, and (2) the bulk solution. Most of these results were obtained for primary and secondary sludge. However, anaerobic digestion can induce complex modifications of the structural properties of the sludge ([7-8]), which can strongly impact the dewaterability of digested sludge.

Some authors ([9-11]) studied the ability of digested sewage sludge to be dewatered through capillary suction time (CST) experiments (filterability indicator). Results highlighted that anaerobic digestion induces an increase in the CST of the sludge. This impact can be linked to a negative impact of anaerobic digestion on sludge dewaterability. However, Houghton et al. [9] showed that the results are highly affected by plant characteristics. In addition, Novak et al. and Ye et al. [10-11] demonstrated that the CST value obtained with digested sludge is strongly dependent on the hydraulic retention time in the anaerobic digester. Similar trends were also observed for food waste digestates [12].

These results can be explained by the impact of anaerobic digestion on sludge extracellular polymer (ECP) content ([10, 11, 13]). Indeed, Houghton et al. [13] noticed not only a decrease in total ECP content, but also a change in ECP composition (soluble ECP increase,

protein ECP decrease and polysaccharide ECP increase) during anaerobic digestion. This evolution led to fine particles and colloids production [9, 13, 14] and to the modification of moisture distribution in the sludge [15], which can impede sludge dewatering [16].

In addition, this evolution of the sludge matrix (structure modifications and charged particle release) led to an increase in conditioning agent doses [17-18].

However, these results only come from CST experiments that are far from representative of industrial devices (no flocculation, no cake formation, etc.). Hence, the impact of anaerobic digestion on sludge mechanical dewatering needs to be better understood by mimicking the industrial process, including the conditioning step. In addition, the impact of design parameters of the digester on digested sludge dewatering efficiency needs to be better understood.

This paper aims to study the impact of hydraulic retention time (HRT) in an anaerobic digester on sludge dewaterability through cross-flow filtration and centrifuge tests. The optimal conditioning dosage was also observed with respect to the HRT. This study helps to better understand the impact of anaerobic digestion on sludge dewaterability. Results will allow the optimization of the design of industrial digesters in terms of this property.

III. Materials and methods

1. Sludge sampling

Sludge was sampled in three wastewater treatment plants located in France. The main characteristics of the plants are summarized in Table 8.

Table 8 : Characteristics of three wastewater treatment plant where sludge was sampled

Parameter	Sludge 1	Sludge 2	Sludge 3
Population equivalent	300 000	282 000	120 000
Input flow (m ³ .h ⁻¹)	4080	3700	3500
Raw sludge concentration (g.L ⁻¹)	36.4	56.8	51.1
COD loading rate (kgO ₂ .day ⁻¹)	16 100	29 474	10 588
BOD5 loading rate (kgO ₂ .day ⁻¹)	7200	11 012	3846
Total Nitrogen loading rate (kg _N .day ⁻¹)	1000	2027	1066
Total phosphorus loading rate (kg _P .day ⁻¹)	207	213	123
Mass of sludge produced before dewatering (Ton.day ⁻¹)	124	154.8	106.5
Digester HRT (day)	25-30	50-60	23
Temperature of the digester (°C)	37.5	38-39	30
Average pH in the digester	7.6	7.4 – 7.5	7.0
Dewatering process	Centrifuge device	Centrifuge device	Centrifuge device
Dryness of sludge after dewatering (%)	24	23-24	19
Reference of optimal polymer(SNF Floerger®)	440 MEB	840 MEB	640 HIB

Sludge 1 and 2 were blends of primary and secondary sludge (55% primary, 45% secondary), and sludge 3 was a waste activated (secondary) sludge. All the sludge samples were obtained after the thickening step.

The three wastewater treatment plants are equipped with mesophilic anaerobic digesters. Digested sludge samples were taken from each digester to provide an inoculum to reproduce anaerobic digestion in batch experiments.

Before analysis and experiments, samples were stored at 4°C for less than 7 days, except for digested sludge samples dedicated to inoculation, which were stored under mesophilic (37°C) and anaerobic conditions.

2. Anaerobic digestion experiments

Anaerobic digestion was conducted in 15-liter batch reactors, in which 8 liters of raw sludge and 2 liters of inoculum were introduced. This protocol ensures a substrate/inoculum ratio between 0.1 and 0.2 kgVS_{substrate}/kgVS_{inoculum} (VS=volatile solids). The total solid content (TS) values for raw and digested sludge samples are reported in Table 9.

Table 9 : Characteristics of sampled raw and digested sludge.

	Sludge 1	Sludge 2	Sludge 3
TS content for raw sludge (g.L ⁻¹)	38.4	56.8	51.1
TS content for digested sludge (g.L ⁻¹)	23.3	33.0	31.5

This ratio was successfully used by Dieudé-Fauvel et al. [8] to perform sludge anaerobic digestion in batch reactors. After being filled in, reactors were closed, and the atmospheric oxygen in the gas phase was removed with N₂ to ensure anaerobic conditions. Then, digesters were placed at 37°C in a regulated thermostatic room for a maximum of 50 days. For mixing, each digester was hand shaken twice per day. Gas production was monitored using a volumetric counter. Biogas production was determined considering normal conditions for pressure (1 bar) and temperature (273K).

For each sludge sample, seven digesters were incubated. Digestion lasted 5 days for digester 1, 10 days for digester 2, 20 days for digester 3, 30 days for digesters 4, 5 and 6 (repeatability assessment), and 50 days for digester 7. To ensure constant sludge characteristics for analysis, once removed, the sludge was stored at 4°C no more than 5 days before characterization, as described in III.3. The initial feed was also analyzed with the same procedure.

3. Physico-chemical sludge characterization

All the tests were performed in triplicate.

a. Total and volatile solids

The total solid (TS) and volatile solid (VS) content of each sample was determined according to standard methods [19].

b. pH

The pH was measured at 20 ° C, with the pHmeter Mettler Toledo[®] SG2.

c. Conductivity

The conductivity of the sludge was measured for each sample. This measurement was taken at 20°C with a Hioki IM3570 impedance analyzer combined with a WTW Tetracon 325

conductivity probe (cell constant 0.475 cm^{-1}). This measurement allows the determination of the conductivity of the raw or digested sludge.

d. Capillary Suction Time (CST)

A Triton electronics® Ltd 304m was used for the CST measurement: 5 ml of sludge was placed in the device ring. The timer starts and stops automatically. In light of the variability of this test, each measurement was repeated five times. CST was normalized to eliminate the effect of total solid concentration in the sludge (Merlo et al. [20]) by dividing CST by the TS of the sludge.

e. Specific analysis for filtrates

Ammonia and phosphate concentrations were determined in the filtrates from the following dewatering experiments (detailed in section III.5.) according to standard methods (ISO 5664:1984).

4. Determination of the optimum conditioning dosing

In this study, a two-step conditioning procedure was considered. First, coagulation was processed using ferric chloride (FeCl_3). Then, flocculation was processed using a cationic polymer.

a. Ferric chloride dosage

For coagulation, 500 ml of sludge was stirred at 120 rpm, and different masses of ferric chloride were added (ferric chloride solution with a concentration of 40 g.L^{-1}). Stirring was then maintained for two minutes.

The optimal dose of ferric chloride was determined by measuring the capillary suction time. Because the CST curve was derived from what is usually expected, similar to the method described by Zhen et al. [21], the chosen dose is considered to be the one following the change in slope of the CST curve for raw sludge (Figure 52). However, the change in slope of the CST curve is mitigated by anaerobic digestion. Hence, for digested sludge, the optimum dose of ferric chloride has been chosen so that coagulated digested sludge reaches the CST

value obtained for raw sludge with the optimal ferric chloride dosage. The method is illustrated in Figure 52.

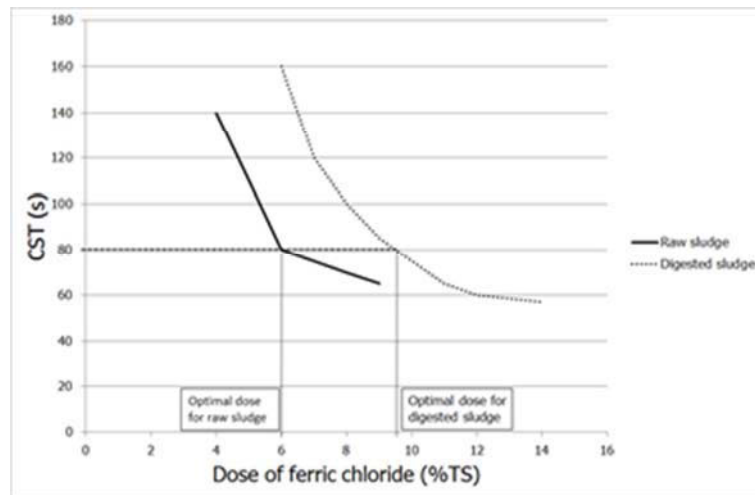


Figure 52 : Determination of the optimal dose of ferric chloride for raw sludge and digested sludge.

b. Polymer dosage

For flocculation, a cationic polymer (concentration = 1 g_{AM}/kg; AM: Active Matter) was added into 500 ml of initially coagulated sludge (at the optimal dosing). This volume was previously determined considering the required polymer dosage. The flocculation was performed by four successive transfers from bucket to bucket. As described in the literature ([22-23]), the drainage efficiency was determined by measuring the total filtrate mass obtained for each sample. The optimum dose was that which allowed the extraction of a maximum volume of filtrate in 2 minutes with a 630- μ m sieve (Figure 53).

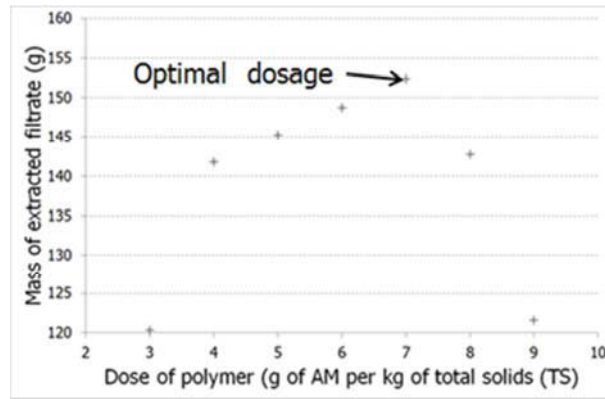


Figure 53 : Example of the results of drainage experiments aiming at the determination of the optimal dose of polymer.

Before the anaerobic digestion experiments, for each digested sludge sampled in industrial digesters, several polymers were tested. The one allowing the extraction of the maximum amount of filtrate during drainage was retained at the optimal dosing. Then, this polymer was unchanged for all the samples from the same wastewater treatment plant. The polymer used for each sludge is specified in Table 8.

5. Sludge dewatering experiments by filtration in a tangential filtration cell

Each sample is conditioned with ferric chloride and a polymer at optimum doses. In practise, 10 L of sludge was stirred at 120 rpm, and ferric chloride was added. Stirring was then maintained for two minutes. After that, the polymer was added and flocculation was performed by four successive transfers from bucket to bucket.

Dewatering experiments were processed in a tangential filtration cell, as described by Tosoni et al. [4]. The cell is composed of a 2.5 liter tank, a filtration chamber (diameter =10 cm) with a thickness of 25 mm connected with a flexible pipe (Figure 54).

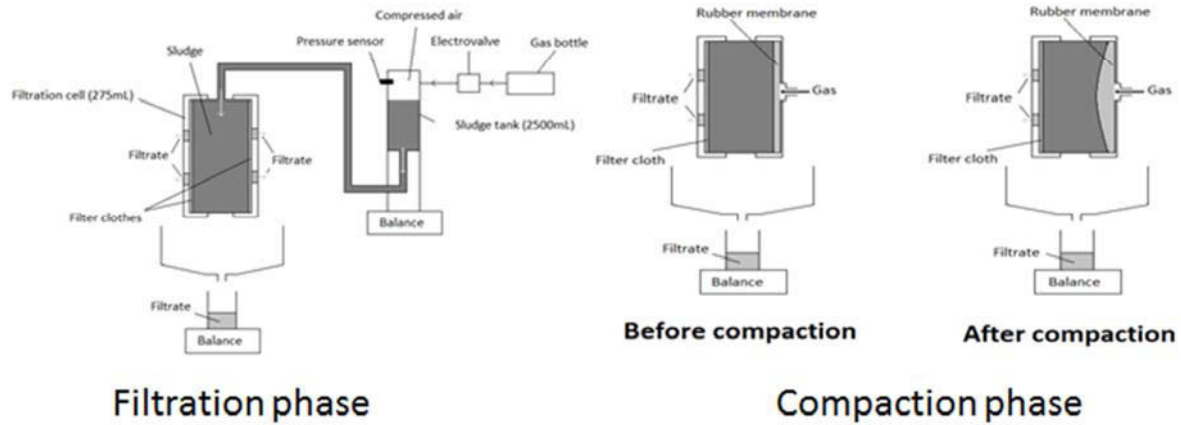


Figure 54 : Tangential filtration cell

The filter cloth used was provided by SEFAR FYLTIS[®] (ref. 23 -1001-K-056 with an air permeability value of $910 \text{ L.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$). Dewatering was performed in two phases, a filtration phase followed by a compaction phase. During the filtration phase, the pressure linearly increased from 0 to 8 bar in 1800 seconds, and then, the pressure was kept constant at this maximum level for 1000 seconds. The pressure was controlled by injecting compressed air into the tank. During the compaction phase, the previously formed sludge cake was compressed at 15 bars via a rubber membrane.

The mass of injected sludge, the mass of extracted filtrate and the pressure were recorded online during the whole experiment duration. At the end of the experiment, the average solid concentration of the cake was determined according to standard methods [19].

As sludge is a fermentable material, it is not possible to perform each experiment in triplicate. Repeatability experiments were previously conducted with the same method. The average standard deviation coefficient during the experiment for the cake dryness was 2.3%. Thus, the results can be considered as highly repeatable, and the average standard deviation is therefore extended to all trials.

6. Sludge dewatering experiments by centrifugation

Sludge conditioning was performed as described in 2.5. Dewatering experiments were processed in a Sigma[®] 4K15 Laboratory centrifuge. The conditioned sludge was introduced into 4 tubes. Each tube contained a volume of sludge, which represented 5 g of TS. The sludge was then centrifuged for 10 minutes at 3000 rpm, equivalent to 986 g. Then, the filtrate was manually removed and the sludge cake was collected. The TS concentration of the sludge cake was determined as described in 2.3.1.

IV. Results and discussion

In this section, the impact of HRT on the physicochemical sludge characteristics is first presented and discussed. Then, the impact of this design parameter on conditioning dosage, cake dryness and recycling liquor characteristics is presented and discussed considering the evolution of sludge characteristics. As the experiments were processed in the batch reactor, the HRT is equal to the duration of the batch experiment.

1. Biogas production and biodegradation in batch experiments

The efficiency of the anaerobic digestion process with the three sludge samples is first analyzed to allow the assessment of the effect of VS biodegradability on digested sludge dewatering.

As shown in Figure 55, the biogas production of each sludge sample follows the same trend. However, anaerobic digestion of sludge 1 led to lower biogas production ($447 \text{ NL}_{\text{biogas}} \cdot \text{kgVS}_{\text{introduced}}^{-1}$) than that observed for sludge 2 and 3 (602 and $556 \text{ NL}_{\text{biogas}} \cdot \text{kgVS}_{\text{introduced}}^{-1}$, respectively). These values are consistent with biomethanogenic potential values observed by Mottet et al. [24] for seven sewage sludge samples, which are between 340 and $711 \text{ NL}_{\text{biogas}} \cdot \text{kgVS}_{\text{introduced}}^{-1}$. As expected, as shown in Figure 56, the evolution of the TS is inversely proportional to the biogas production.

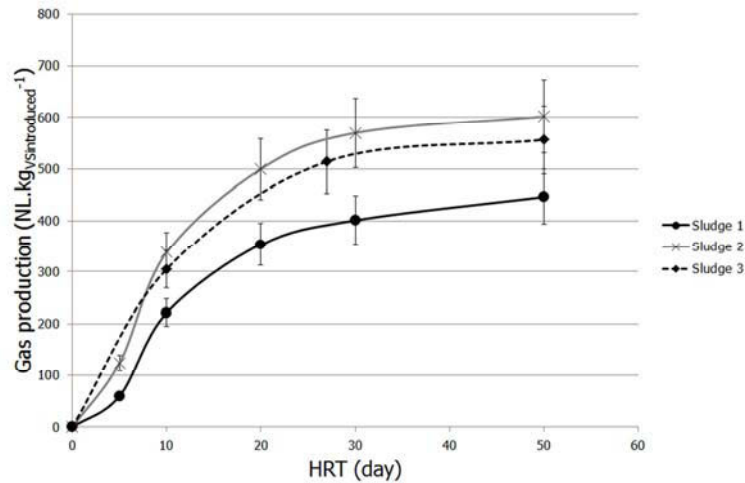


Figure 55 : Gas production as a function of HRT for each digested sludge

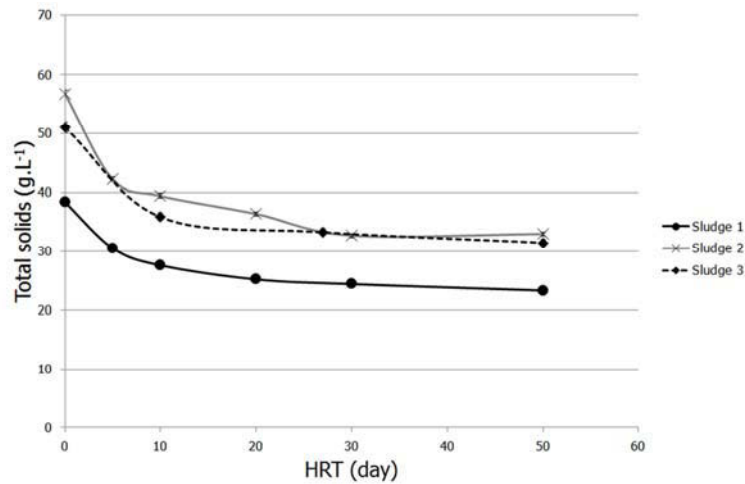


Figure 56: Evolution of TS as a function of HRT, for each digested sludge. (The measured standards deviations are small and correspond to approximately 1% of the value (not visible in the figure)).

The TS decrease is linked to the VS degradation. After 50 days of experiments, 50.7, 65.0 and 48.5% of the VS are degraded, respectively, for sludges 1, 2 and 3. These values comply with those observed by Astals et al. [25], who obtained VS biodegradation values between 44 and 64% for sewage sludge. Hence, these results validate the choice of the experimental design for the anaerobic digestion process to ensure satisfactory efficiency.

In addition, the results highlight that the biogas production is performed in two phases: from 0 to 25 days, the production was intense (from 0 to approximately $450 \text{ NL}_{\text{biogas}} \cdot \text{kgVS}_{\text{introduced}}^{-1}$); from 25 to 50 days, the production slowed down and stabilized (450 to approximately $550 \text{ NL}_{\text{biogas}} \cdot \text{kgVS}_{\text{introduced}}^{-1}$). As highlighted by Girault et al. [26], the first phase between 0 and 20 days is mainly associated with the degradation of the readily biodegradable fraction of VS.

The second phase, between 20 and 50 days, corresponds to the degradation of the slowly biodegradable fraction of VS.

2. Evolution of sludge characteristics during anaerobic digestion

The evolution of sludge characteristics, which can impact dewatering or conditioning efficiency, was investigated during the batch anaerobic digestion experiments.

a. pH

As shown in Figure 57, the pH evolution follows the same trends for each sludge type: the change in pH as a function of HRT was tested in two phases. During the first phase, from 0 to 10 days, a rapid increase in pH was observed (from 6 to 7.5). This phase corresponds to two processes: (1) the degradation of the volatile fatty acids (VFAs) initially present or rapidly produced in batch experiments, and (2) the production of NH_4 related to protein degradation (e.g., for sludge 1, the ammonium concentration increased from 170 mg.L^{-1} to 1370 mg.L^{-1} between day 0 and day 10). During the second phase, from 10 to 50 days, a slight increase in pH was observed (from 7.5 to 8). Because the NH_4^+ concentration can be considered constant during this phase, the slight increase in pH value is probably due to the consumption of released VFAs (for sludge 1, the ammonium concentration increased from 1370 mg.L^{-1} to 1440 mg.L^{-1} between day 10 and day 50).

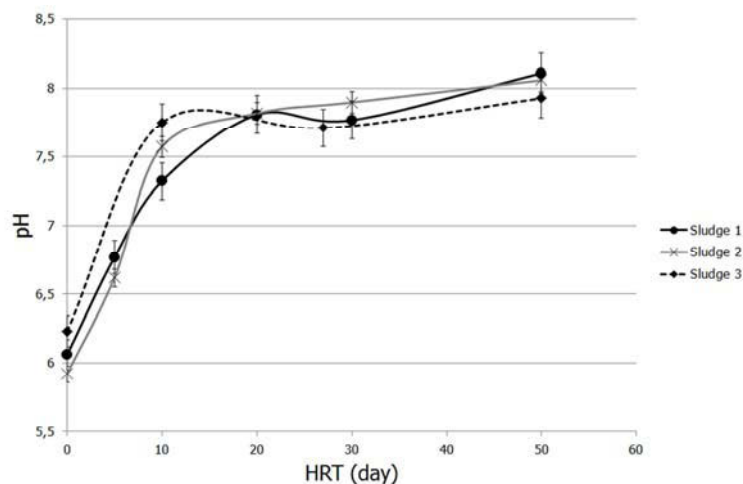


Figure 57 : Evolution of pH as a function of HRT, for each digested sludge

The pH may influence the dewatering of the sludge by damaging flocculation. Under acidic conditions, i.e., pH lower than 3.6, Liao et al. [27] showed that the negative surface charges are neutralized by H^+ ions and that electrostatic interactions with cationic polymers are

prevented. Under basic conditions, i.e., pH higher than 9.5, Shao et al. [28] showed that ECP are dissolved, causing destabilization of the sludge structure and a decrease in the flocculation efficiency.

In this study, the pH is always between 5.5 and 8.5. Thus, at any given HRT, the impact of anaerobic digestion on sludge dewaterability cannot be explained by pH modifications.

b. Conductivity

As shown in Figure 58, sludge conductivity increases as a function of the HRT during anaerobic digestion of sludge by approximately one order of magnitude (from $2.27 \cdot 10^{-3} \text{ S.cm}^{-1}$ to $1.26 \cdot 10^{-2} \text{ S.cm}^{-1}$). This increase occurs in two phases: one phase with a rapid increase, for HRT values between 0 and 25 days, and one phase with a slow increase, for HRT values between 25 and 50 days.

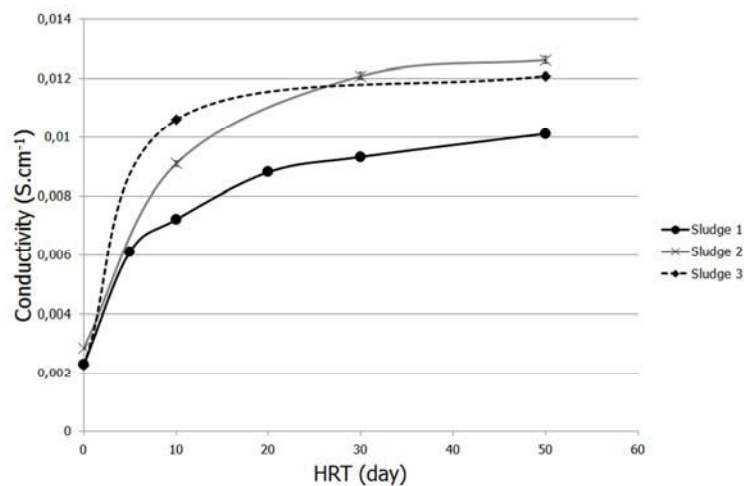


Figure 58 : Evolution of conductivity as a function of HRT, for each digested sludge. (The measurement standards deviations are small and correspond to approximately 1% of the value (not visible in the figure))

The evolution of conductivity of the sludge as a function of the HRT is correlated with the biogas production curves shown in Figure 7; considering a linear correlation, the R^2 values are between 0.92 and 0.99. Indeed, complex organic matter degradation leads to the production of conductor mineral ions that increase sludge conductivity. These observations are consistent with the results of Dieudé-Fauvel et al. [8], who observed an increase in the conductivity of sludge during anaerobic digestion.

The increase in the ionic concentration in the bulk solution of the sludge can modify the osmotic balance between the bulk solution and flocs and, consequently, affect the dewatering efficiency.

c. Capillary suction time

As shown in Figure 59, the CST value globally increases as a function of the HRT. Hence, for HRT values between 0 and 30 days, the CST value increases by 254% for sludge 1, 284% for sludge 2, and 227% for sludge 3. For HRT values between 30 to 50 days, CST values remain constant. Nevertheless, for HRT values between 0 and 30 days, the CST value of the digested sludge strongly depends on the HRT. Regardless of sludge type, a strong increase in CST is observed, but the detailed behavior is strongly dependent on the sludge characteristics: a strong constant increase in CST was noted for sludge 1, a constant CST for HRT between 5 and 30 days was obtained for sludge 2, and a strong increase in CST up to an HRT=10 days followed by a decrease to an HRT=30 days was found for sludge 3. These trends, with instabilities for low HRT values, are consistent with the results in the literature [10-11]. In addition, these authors observe the same stabilization of CST for HRT greater than 30 days.

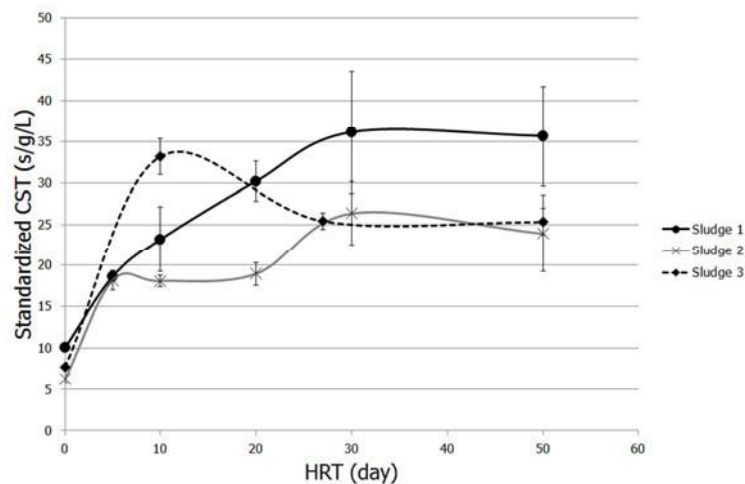


Figure 59 : Evolution of normalized CST as a function of HRT, for each digested sludge.

The results show that the anaerobic digestion decreases the filterability of raw digested sludge. The HRT in the reactor does not significantly impact this parameter for HRT values greater than 30 days. Nevertheless, for HRT values below 30 days, the effect of HRT on the filterability of raw sludge is strongly dependent on the sludge origin.

The decrease of the filterability of digested sludge observed when the HRT value increases from 0 to 30 days is probably due to the hydrolysis of complex organic matter during anaerobic digestion, which can lead to a decrease of the average particle size (accumulation of fine particles and colloids) due to degradation and destructuration phenomena. The results highlight that these particles are not degraded, even for high HRT, inducing a decrease in the sludge dewaterability.

The CST peak observed for sludge 3 for an HRT of 10 days can be explained by the temporary accumulation of fine particles and colloids produced by disintegration faster than they are degraded at the beginning of the batch experiment. This accumulation is then partially released by degradation, inducing a decrease in the CST value. This phenomenon is strongly dependent on the biodegradation behavior of the raw sludge.

3. Impact of anaerobic digestion on conditioning dosages

a. Ferric chloride dosage

The evolution of the optimal dosage of ferric chloride as a function of the HRT is shown in Figure 60. For the 3 sludge samples, a strong increase in the optimum dosage is observed when the HRT value increases from 0 to 20 days, followed by stabilization of the dosage.

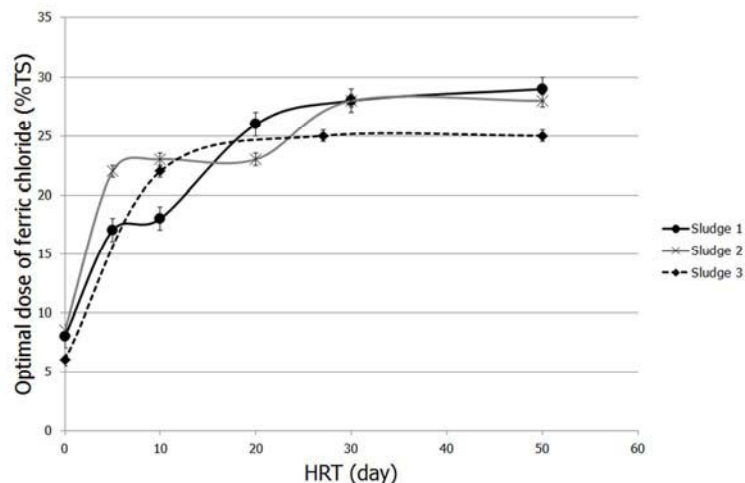


Figure 60 : Evolution of optimal dosage of ferric chloride (%TS) as a function of HRT, for each digested sludge.

At any given HRT, the optimal values of the three sludge samples are quite similar (between 6 and 8.5%_{TS} for raw sludge and between 25 and 29%_{TS} for digested sludge, with an HRT of 50 days).

Industrially, sludge is classically digested with an HRT of more than 20 days to ensure stability and high biogas production. It is therefore difficult to reduce industrial consumption of ferric chloride by modifying the HRT in the reactor without embedding biogas production.

The results state that regardless of HRT in the reactor, anaerobic digestion has a negative impact on the optimal dose of ferric chloride for sludge coagulation. However, at an industrial plant scale, the consummation of ferric chloride depends on two parameters: the optimal dosage and the total amount of sludge (in term of TS mass) that requires coagulation. As shown in Figure 56, anaerobic digestion leads to a reduction in sludge production, which increases with the HRT. Thus, the effect of anaerobic digestion on TS destruction has to be considered to evaluate the effect of anaerobic digestion on ferric chloride consumption at an industrial scale. This analysis is shown in Figure 61 for sludge 1 (the same trends are observed for the other samples). The results highlight that even if anaerobic digestion leads to an increase of 263% of the optimal dosage of ferric chloride considering an HRT of 30 days, the total consumption of ferric chloride is increased by only 73%.

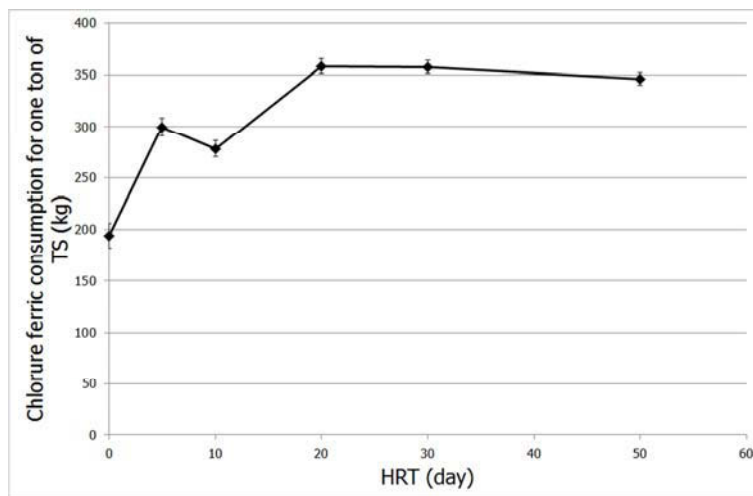


Figure 61 : Ferric chloride consumption for a ton of TS from raw sludge 1 as a function of HRT.

b. Polymer dosage

The evolution of the optimal dosage of a polymer during batch experiments is shown in Figure 62. The evolution of the optimum dosage as a function of HRT proceeds in 2 phases: a continuous increase occurs from 0 to 20 days of the experiment, followed by stabilization after 20 days of the experiment. The optimal values for the three sludge samples are similar ($6 \text{ g}_{AM} \cdot \text{kg}_{TS}^{-1}$ for the three raw sludge, and between 8 and $10 \text{ g}_{AM} \cdot \text{kg}_{TS}^{-1}$ for 50 days digested

sludge). Hence, between $t=0$ days and $t=50$ days, an increase in the optimal polymer dose of 33% is observed for sludges 1 and 3 and of 67% for sludge 2.

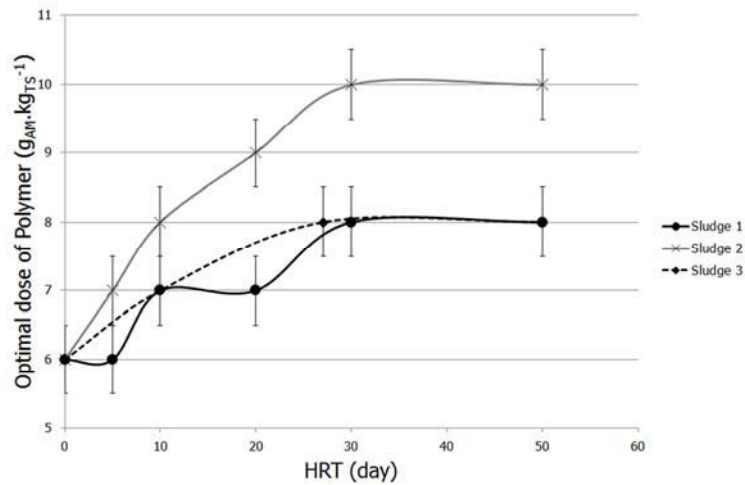


Figure 62 : Evolution of optimal dosage of polymer as a function of HRT, for each digested sludge.

At an industrial scale, the HRT for sludge anaerobic digestion is generally applied up to 20 days to ensure process stability. An increased HRT from 20 to 30 days aiming at the optimization of the biogas production results in an increase in the optimum polymer dosage. Up to 30 days, the HRT in the anaerobic digester can be increased without evolution of the optimal polymer dosage. Nevertheless, to assess the impact of the HRT on polymer consumption, reduction of VS due to anaerobic digestion has to be taken into account. Hence, the impact of the HRT on polymer consumption per ton of TS of raw sludge is shown in Figure 63.

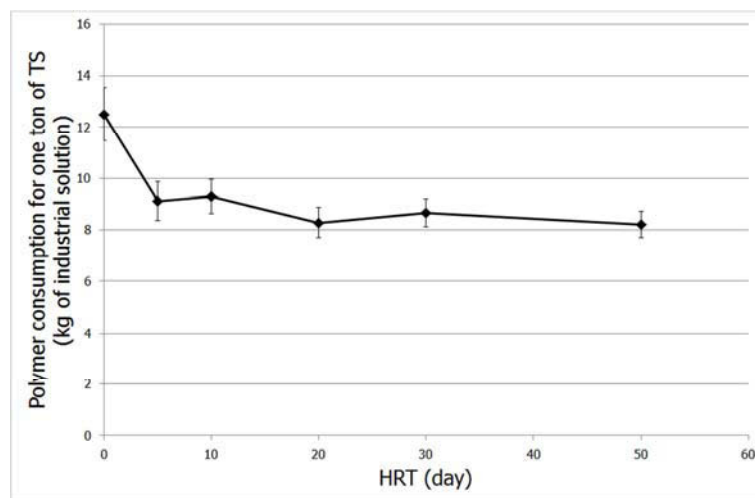


Figure 63 : Polymer consumption for a ton of TS from raw sludge 1 as a function of HRT, (concentration of the industrial solution=500g.L⁻¹)

Despite the effect of anaerobic digestion on the optimal polymer dosage, regardless of the HRT, anaerobic digestion reduces the polymer consumption. Thus, at an industrial plant scale, this process allows for a reduction of more than 30% of the total polymer consumption, without any significant impact in the HRT for values beyond 20 days.

c. Correlations between conditioning dosage and sludge characteristics during anaerobic digestion experiments

A correlation analysis was processed between the evolution of optimal conditioning dosage (ferric chloride and the polymer, respectively) and sludge characteristics, as presented in paragraph III.2., during the anaerobic experiments. Each obtained correlation coefficient is presented in Table 10.

Table 10 : Correlation coefficients (R^2) between conditioning dosages and sludge characteristics

Parameters	Sludge 1		Sludge 2		Sludge 3	
	Dosage of ferric chloride	Dosage of polymer	Dosage of ferric chloride		Dosage of ferric chloride	Dosage of polymer
CST	0.9704	0.8435	0.9408	CST	0.9704	0.8435
Conductivity	0.966	0.7481	0.9891	Conductivity	0.966	0.7481
Biogas production	0.9214	0.9042	0.7502	Biogas production	0.9214	0.9042
pH	0.948	0.7868	0.8138	pH	0.948	0.7868

Concerning the ferric chloride dosage, the results indicate that the only sludge characteristic that is significantly correlated with the obtained optimal dosage is conductivity (all R^2 values are higher to 0.96). This correlation is shown in Figure 64.

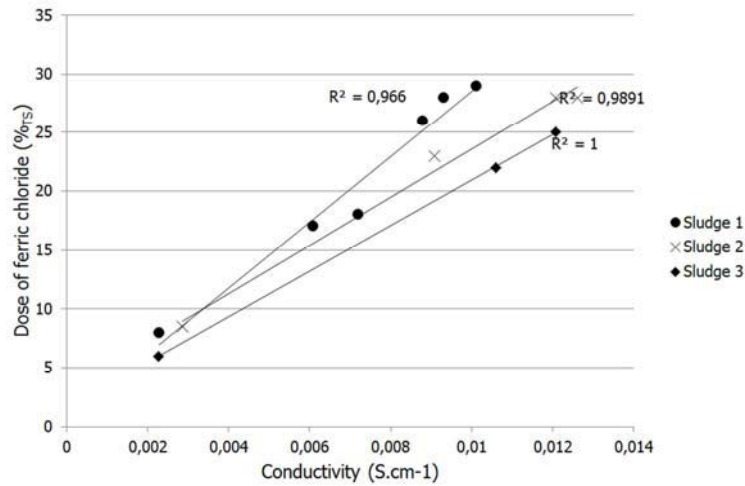


Figure 64: Optimal dosage of ferric chloride as a function of sludge conductivity

The correlations between ferric chloride dosage and CST or biogas production are also significant for some sludge types (sludge 1 and 2 for CST; sludge 1 and 3 for biogas production). Nevertheless, the trends are not correlated for all sludge samples. These results can be explained by the correlation between the evolution of CST and conductivity during the anaerobic digestion experiments for sludges 1 and 3 ($R^2 = 0.95$ and 0.97 , respectively), which is not observed for sludge 2 ($R^2 = 0.64$). Similar results are obtained in terms of the evolution of conductivity and biogas production (see section III.2.b.) This can be explained by the fact that CST, biogas production and conductivity evolution are driven by anaerobic degradation processes that induce the same trend for all parameters, but are not always proportional (e.g., sludge 2 or 3, depending on the parameter). Hence, the increase in the ferric chloride dosage as a function of the HRT during the anaerobic digestion experiments is mainly due to the increase in sludge conductivity. This evolution of the conductivity indicates that anaerobic biodegradation of complex organic matter from sludge induces the production of anionic compounds (sulfur, phosphate, carbonate and other mineral ions) that can precipitate Fe^{3+} from ferric chloride ([29-30]), thereby reducing the availability of the coagulant for sludge particles.

Concerning optimal polymer dosage, the results show that the sludge characteristic most significantly correlated with the obtained values is conductivity too (all R^2 values are above 0.75). This correlation is shown in Figure 65. The increase in the concentration of dissolved ionic compounds (as indicated by the increase in conductivity) leads to a partial neutralization of the polymer, as shown by Taylor et al. [31], which explains the increase of the optimum polymer dose.

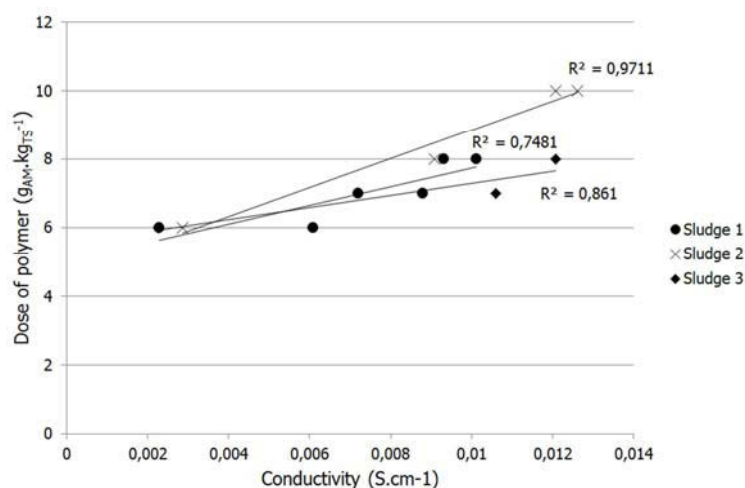


Figure 65 : Optimal dosage of polymer as a function of sludge conductivity.

Correlations between the optimal polymer dosage and biogas production are also significant for all sludge samples ($R^2 = 0.90, 0.98$ and 0.99 , respectively). This can be explained by the fact that biogas production and conductivity are correlated, as described in section III.2.b. A significant correlation between pH and the optimal polymer dosage is also observed, but, as highlighted by Liao et al. and Shao et al. [28, 32], pH variations in such intervals cannot modify polymer efficiency. To conclude, the impact of anaerobic digestion on the optimal polymer dosage is mainly due to partial neutralization of polymer cationic charges by anions that increase in the bulk solution as a consequence of complex organic matter biodegradation.

4. Impact of anaerobic digestion on dewatering efficiency

a. Cake dryness with tangential filtration

The evolution of cake dryness obtained via tangential filtration during the anaerobic digestion experiments is shown in Figure 66. When HRT varies from 0 to a critical value (30 days for sludge 1 and 2; 10 days for sludge 3), the dryness of the dewatered sludge significantly decreases, with a behavior and range that depend on the sludge. For HRT values higher than the critical value, the dryness of the dewatered sludge increases. The range of this increase depends on the sludge origin (between +0.5% and +2.1%). However, cake dryness obtained after dewatering of digested sludge is always lower than that after dewatering of the raw sludge: -2.4% for sludge 1, - 0.5% for sludge 2 and -1.3% for sludge 3. This gap can be statistically significant (sludge 1 and 3) or not (sludge 2).

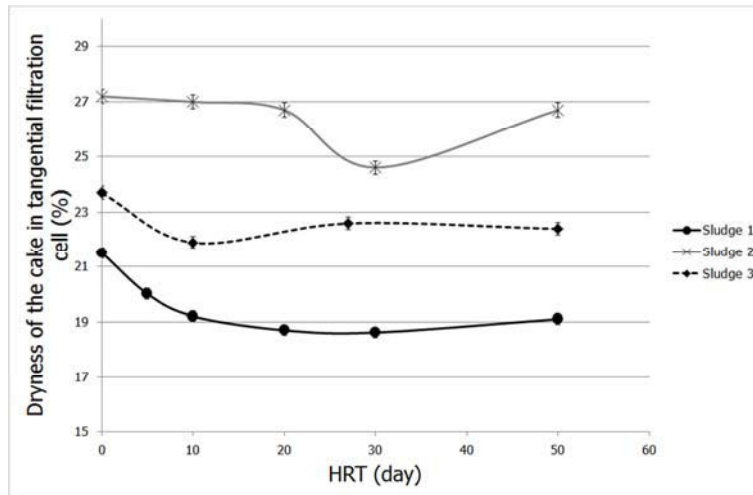


Figure 66 : Evolution of cake dryness after dewatering in tangential filtration cell as a function of HRT, for each digested sludge.

In addition, the effect of the compaction step on the results was also investigated. Hence, Figure 67 shows the effects of the compaction step on the evolution of cake dryness during the anaerobic digestion experiment for sludge 1. The compaction phase leads to an absolute increase in the cake dryness of approximately 1.4% regardless of HRT, and the same trends are observed for all the sludge samples. The effect of the compaction can be considered independent of the anaerobic digestion of sludge.

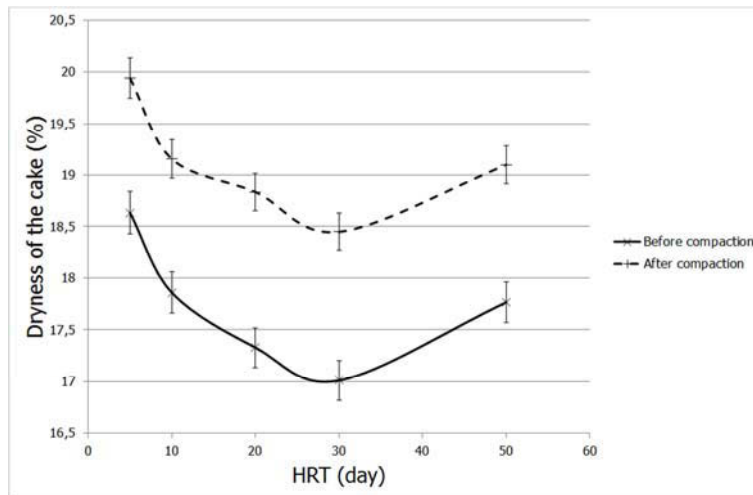


Figure 67 : Effects of compaction on the dryness of the cake for sludge 1

Hence, two major conclusions can be drawn:

- Modification of the HRT in the anaerobic digester can impact cake dryness obtained for the dewatering of digested sludge in the press-filter.
- Depending on the applied HRT and the considered sludge, anaerobic digestion has a negative or non-significant impact on the sludge dewatering efficiency.

These statements can impact the effect of anaerobic digestion on sludge production at an industrial scale in addition to VS destruction due to anaerobic digestion. An assessment of the impact of HRT on dewatered sludge production is provided by considering one ton of TS of raw sludge. The calculation was made for the three sludge samples, considering the lower dryness value for dewatered digested sludge. The results are shown in Figure 68.

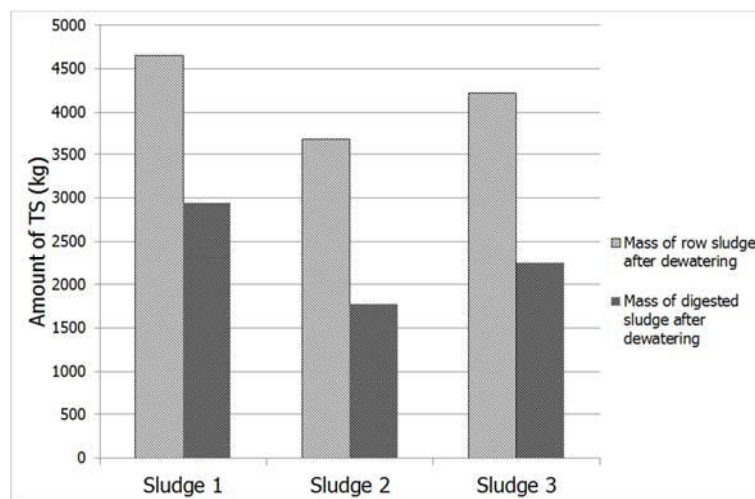


Figure 68 Effects of anaerobic digestion on the amount of sludge after dewatering, for one ton of TS in raw sludge.

Even for HRT values that imply lower dewatering efficiency, anaerobic digestion has a positive effect on the amount of dewatered sludge produced. In addition, we observed that increasing HRT always reduces sludge production. The negative effect of anaerobic digestion is fully offset by organic matter degradation during the process. However, even if the cake dryness decrease does not counterbalance VS reduction, the decrease in cake dryness can influence the mechanical behavior of the dewatered sludge in terms of storage and heap holding [33].

b. Cake dryness with centrifugation

As shown in Figure 69, the evolution of cake dryness obtained by centrifugal dewatering as a function of HRT can be described considering two phases: (1) a significant decrease in the cake dryness from HRT = 0 days to HRT = 10 days, and (2) a stabilization of the cake dryness for HRT values up to 10 days. The same trends are observed for the three sludge samples.

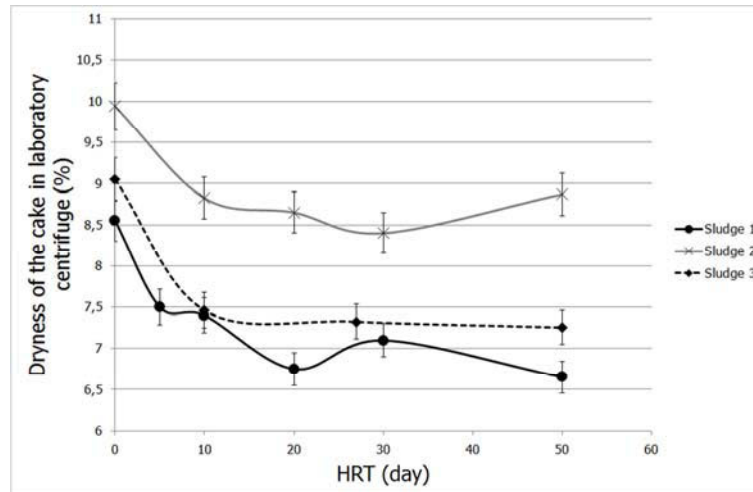


Figure 69 : Evolution of cake dryness after dewatering in laboratory centrifuge as a function of HRT, for each digested sludge.

Regardless of the sample, the obtained cake dryness values are below those obtained by tangential filtration. This statement is consistent with the results of Curvers et al. [34], which show that osmotic phenomena are more limited for the centrifugation process than for the filtration process. They highlight that the floc matrix is more concentrated than the bulk solution that induces osmotic gradient. In addition, these authors state that during mechanical dewatering, the expelled solution from sludge flocs is more concentrated than the bulk solution. Hence, at the end of the dewatering, the concentration of the bulk solution is higher when the expelled solution is removed (filtration process) than when it stays in contact with sludge (centrifugation process). Consequently, at the end of the dewatering process, the difference in osmotic pressure between sludge flocs and the bulk solution is higher for centrifugation than for filtration. As a result, the cake dryness obtained with centrifugation is more limited by osmotic effects.

c. Correlation between dewatering efficiency and sludge characteristics during anaerobic digestion experiments

A correlation analysis was performed in terms of the evolution of sludge properties and dewatering efficiency, as presented in paragraphs III.2., during the anaerobic digestion experiments. The results are presented in Table 11.

Table 11 : Correlation coefficients (R²) between dewatering efficiency and sludge characteristics

Parameters	Sludge 1		Sludge 2		Sludge 3	
	Cake dryness after tangential filtration experiments	Dewatered sludge dryness after centrifuge experiments	Cake dryness after tangential filtration experiments	Dewatered sludge dryness after centrifuge experiments	Cake dryness after tangential filtration experiments	Dewatered sludge dryness after centrifuge experiments
CST	0.8669	0.8214	0.4247	0.9039	0.9406	0.6205
Conductivity	0.8952	0.9458	0.3327	0.9986	0.8382	0.8467
Biogas production	0.7641	0.7915	0.3048	0.8197	0.4617	0.8827
pH	0.8693	0.9312	0.2058	0.8775	0.8311	0.9909

Concerning the cake dryness obtained by the centrifuge experiments, the best correlation is obtained with conductivity, as presented in Figure 70.

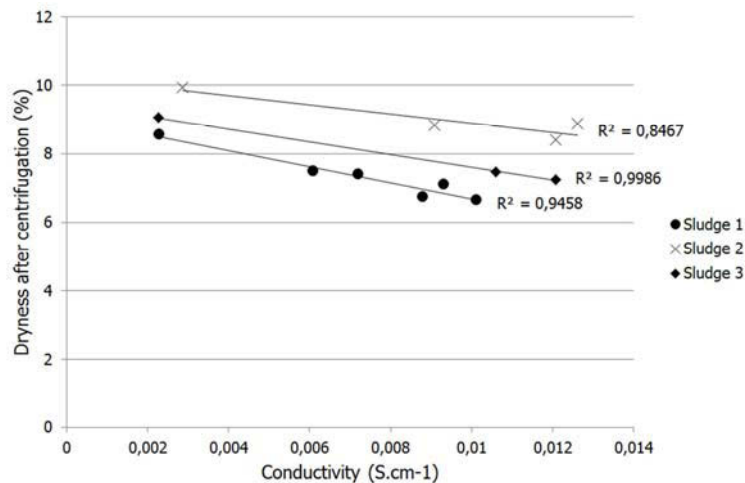


Figure 70 : Correlation between cake dryness after centrifugation and sludge conductivity

A significant correlation is also identified with CST values. These results confirm that cake dryness obtained by sludge centrifugation is strongly driven by osmotic equilibrium between the bulk solution and floc matrix, as highlighted by Curvers et al. [5]. Indeed, as anaerobic

degradation processes mainly occur in the floc matrix, ionic compounds are first produced here. Then, they diffuse to the bulk solution and increase its conductivity. Hence, if the ionic concentration of the bulk solution increases, this suggests that the ionic concentration in the floc matrix increases to a greater extent, thereby increasing the osmotic gradient between the bulk solution and the floc matrix. In conclusion, these results indicate that the decrease in cake dryness obtained by centrifugation is mainly associated with an increase in the osmotic gradient between the bulk solution and the floc matrix during anaerobic degradation.

Considering the dewatering efficiency in tangential filtration experiments, no sludge characteristic is significantly correlated with the cake dryness for the three sludge samples. Indeed, a change in slope for HRT up to a critical value observed for each cake dryness curve (Figure 66) is observed for no monitored sludge characteristics. However, as shown by Houghton et al. [13] and Ye et al. [11], the impact of anaerobic digestion on sludge dewaterability can also be linked with the change in the amount of ECP [9]. The modifications in the structure or composition of the ECP matrix can induce a modification of sludge structure, altering its dewaterability. In particular, Ye et al. [11] showed that in the ECP matrix, proteins are degraded more slowly than polysaccharides, resulting in a more hydrophilic matrix when HRT increases. In addition, during anaerobic batch experiments with sewage sludge, these authors show that the concentration of the digested sludge in soluble saccharides and proteins from the ECP matrix increases below a critical HRT (approximately 10 days in this study) and then decreases due to biodegradation. This impact of the HRT in the digester on the composition of the ECP matrix can imply modifications of the floc structures, which can modify the sludge structure and dewaterability [13, 35].

To conclude, the effect of HRT on dewatering efficiency in tangential filtration is driven by both of the following:

- (1) modifications of the osmotic gradient between the bulk solution and floc matrix, inducing a non-reversible negative impact on dewaterability;
- (2) modifications in the composition of the ECP matrix that can contribute to the negative impact of anaerobic digestion and induce a slight increase in sludge dewaterability when HRT is increased up to a critical value that depends on the sludge.

5. Impact of anaerobic digestion on filtrate/centrate characteristics

This section focuses on the effect of HRT on the ammonia concentration of the filtrate. Regardless of HRT or sample type, the phosphorus concentration in the filtrate is negligible: between 3 and 9 mg.L⁻¹. This is due to the conditioning process: ferric chloride is known to precipitate dissolved phosphorus that prevents its extraction with the filtrate. In addition, for the ammonia concentration, the same results were obtained for centrates and filtrates (only filtrate analysis is shown in the graphs).

The ammonia concentration as a function of HRT is shown in Figure 71.

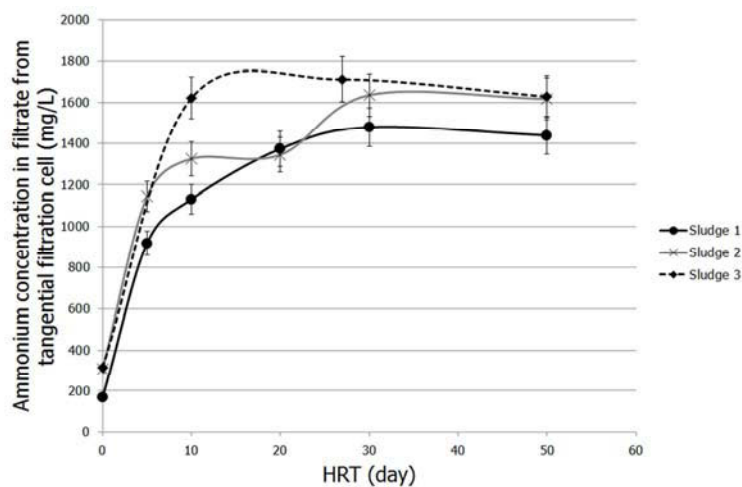


Figure 71 : Evolution of ammonium concentration in filtrate from tangential filtration dewatering as a function of HRT, for each studied sludge.

During the anaerobic digestion experiments, the results highlight a significant increase in the ammonia concentration in filtrates during the first 15 days, followed by a moderate increase and stabilization beyond 30 days. The values are relatively similar for the three sludge samples. The increase in the ammonium concentration is related to protein biodegradation, which is more readily biodegradable than total VS (e.g., for sludge 2, the maximum ammonia concentration is achieved at an HRT of 10 days, but only 56% of the biogas production is achieved for this HRT, as shown in Figure 55).

Considering these results and the characteristics of the wastewater treatment plants at which the sludge samples were obtained, the impact of HRT in the digester on the nitrogen loading rate from liquor recirculation is assessed. The results are presented for sludge 1 in Figure 72.

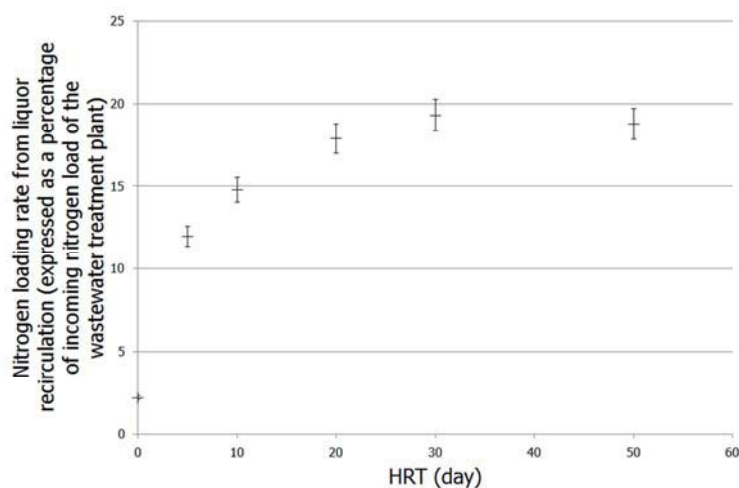


Figure 72 : Impact of the digester HRT on nitrogen loading rate from liquor recirculation (expressed as a percentage of incoming nitrogen load of the wastewater treatment plant) for sludge 1

For sludge 1, the total nitrogen loading rate, which is determined by the liquor recirculation, increases from 2.2% to 18% when digester HRT increases from 0 to 30 days. For the upper HRT values, this level is quite constant and close to 19%. Hence, at an industrial scale, an increase in HRT in the anaerobic digester between 20 and 30 days will result in an increase of ammonia concentration in recirculation liquors and of the related nitrogen loading rates for wastewater treatment plants, as shown Figure 72. Beyond 30 days, the HRT can be increased without impacting the ammonia content of the filtrate or centrate.

V. Conclusion

This study shows that anaerobic digestion strongly impacts conditioning dosage and dewatering efficiency. Hence, this process leads to (1) an increase in the optimal dosage of ferric chloride and the cationic polymer and (2) a moderate decrease in sludge dewaterability in tangential filtration and centrifugation. It also increases nitrogen liquor recirculation.

In addition, this study shows that the HRT in the digester can strongly impact the effect of anaerobic digestion on conditioning dosing and sludge dewaterability. Hence, for HRT below 30 days, an increase in this parameter leads to an increase in the optimal dosage of ferric chloride and the polymer, simultaneously with an increase in biogas production. For HRT up to 30 days, optimal conditioning dosages are quite constant. Concerning sludge dewaterability in the press filter, the results show that for HRT values below a critical value, which depends on the sludge, a moderate decrease in the dewaterability is observed when HRT increases. For an HRT increase up to this value, a slight increase of dewaterability or stabilization is

observed, without reaching the dewatering efficiency obtained with sludge before anaerobic digestion. These results are mainly explained by the impact of anaerobic digestion on osmotic gradients in the sludge and the composition of the ECP matrix.

At an industrial scale, negative impacts of anaerobic digestion on dewaterability and conditioning can be balanced by total solid reduction due to biodegradation. These results, obtained in a batch reactor, have to be validated with experiments in a continuously stirred-tank reactor (as applied in industrial plants). In addition, to further understand the impact of the optimization of anaerobic digestion on the efficiency of sludge dewatering, the effect of other optimization strategies could be investigated, such as pretreatments, co-substrate additions and variation of the primary to secondary sludge ratio.

VI. Acknowledgements

This project was supported by the French ONEMA (Office National de l'Eau et des Milieux Aquatiques) and Auvergne Region.

VII. References

1. Dentel, S.K., *Perspectives on holistic sludge management*. 2014.
2. Corominas, L., J. Foley, J. Guest, A. Hospido, H. Larsen, S. Morera, and A. Shaw, *Life cycle assessment applied to wastewater treatment: state of the art*. *Water Research*, 2013. 47(15): 5480-5492.
3. Yoshida, H., T.H. Christensen, and C. Scheutz, *Life cycle assessment of sewage sludge management: A review*. *Waste Management & Research*, 2013. 31(11): 1083-1101.
4. Tosoni, J., J.C. Baudez, and R. Girault, *Effect of operating parameters on the dewatering performance of press filters: a sensitivity analysis*. *Drying Technology*. In press., 2015.
5. Curvers, D., S.P. Usher, A.R. Kilcullen, P.J. Scales, H. Saveyn, and P. Van der Meeren, *The influence of ionic strength and osmotic pressure on the dewatering behaviour of sewage sludge*. *Chemical Engineering Science*, 2009. 64(10): 2448-2454.
6. Keiding, K. and M.R. Rasmussen, *Osmotic effects in sludge dewatering*. *Advances in Environmental Research*, 2003. 7(3): 641-645.
7. Baudez, J.-C., R.K. Gupta, N. Eshtiaghi, and P. Slatter, *The viscoelastic behaviour of raw and anaerobic digested sludge: strong similarities with soft-glassy materials*. *Water Research*, 2013. 47(1): 173-180.
8. Dieudé-Fauvel, E., P. Héritier, M. Chanet, R. Girault, D. Pastorelli, E. Guibelin, and J. Baudez, *Modelling the rheological properties of sludge during anaerobic digestion in a batch reactor by using electrical measurements*. *Water Research*, 2014. 51: 104-112.
9. Houghton, J., J. Quarmbly, and T. Stephenson, *The impact of digestion on sludge dewaterability*. *Process Safety and Environmental Protection*, 2000. 78(2): 153-159.
10. Novak, J.T., M.E. Sadler, and S.N. Murthy, *Mechanisms of floc destruction during anaerobic and aerobic digestion and the effect on conditioning and dewatering of biosolids*. *Water Research*, 2003. 37(13): 3136-3144.
11. Ye, F., X. Liu, and Y. Li, *Extracellular polymeric substances and dewaterability of waste activated sludge during anaerobic digestion*. *Water Science & Technology*, 2014. 70(9): 1555-1560.
12. Lü, F., Q. Zhou, D. Wu, T. Wang, L. Shao, and P. He, *Dewaterability of anaerobic digestate from food waste: Relationship with extracellular polymeric substances*. *Chemical Engineering Journal*, 2015. 262: 932-938.

13. Houghton, J.I., T. Stephenson, and J. Quarmby, *The impact of digester retention time on microbial extracellular polymer production and sludge dewaterability*. *Environmental Technology*, 2000. 21(10): 1157-1165.
14. Feitz, A.J., J. Guan, and T.D. Waite, *Size and structure effects on centrifugal dewatering of digested sewage sludge*, 2001. 427-435.
15. Vaxelaire, J. and P. Cézac, *Moisture distribution in activated sludges: A review*. *Water Research*, 2004. 38(9): 2214-2229.
16. Lee, D.J., L. Spinosa, P.J. He, and T.B. Chen, *Sludge production and management processes: Case study in China*, in *Water Science and Technology* 2006. 189-196.
17. Bruus, J.H., J.R. Christensen, and H. Rasmussen, *Anaerobic storage of activated sludge: effects on conditioning and dewatering performance*. *Water Science & Technology*, 1993. 28(1): 109-116.
18. Novak, J., C. Muller, and S. Murthy, *Floc structure and the role of cations*. *Water Science & Technology*, 2001. 44(10): 209-213.
19. Awwa, A., *Standard methods for the examination of water and wastewater*. Washington, DC *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 1998. 20.
20. Merlo, R.P., R.S. Trussell, S.W. Hermanowicz, and D. Jenkins, *A comparison of the physical, chemical, and biological properties of sludges from a complete-mix activated sludge reactor and a submerged membrane bioreactor*. *Water Environment Research*, 2007. 79(3): 320-328.
21. Zhen, G., X. Lu, B. Wang, Y. Zhao, X. Chai, D. Niu, A. Zhao, Y. Li, Y. Song, and X. Cao, *Synergetic pretreatment of waste activated sludge by Fe(II)-activated persulfate oxidation under mild temperature for enhanced dewaterability*. *Bioresource Technology*, 2012. 124: 29-36.
22. Olivier, J., J. Vaxelaire, and P. Ginisty, *Gravity drainage of activated sludge: from laboratory experiments to industrial process*. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 2004. 79(5): 461-467.
23. Ginisty, P., J. Olivier, J. Vaxelaire, and V. Lafitte, *Correlation between floc characteristics and drainability properties: how to define a good flocculation*. *11th World Filtration Congress, WTC 2012, Session L-14 Preatreatment, Graz (Austria), 16-20 April 2012*, 2012.
24. Mottet, A., E. François, E. Latrille, J.P. Steyer, S. Déléris, F. Vedrenne, and H. Carrère, *Estimating anaerobic biodegradability indicators for waste activated sludge*. *Chemical Engineering Journal*, 2010. 160(2): 488-496.
25. Astals, S., M. Esteban-Gutiérrez, T. Fernández-Arévalo, E. Aymerich, J. García-Heras, and J. Mata-Alvarez, *Anaerobic digestion of seven different sewage sludges: a biodegradability and modelling study*. *Water Research*, 2013. 47(16): 6033-6043.
26. Girault, R., G. Bridoux, F. Nauleau, C. Poullain, J. Buffet, J.-P. Steyer, A. Sadowski, and F. Béline, *A waste characterisation procedure for ADMI implementation based on degradation kinetics*. *Water Research*, 2012. 46(13): 4099-4110.
27. Liao, B.Q., D.G. Allen, I.G. Droppo, G.G. Leppard, and S.N. Liss, *Surface properties of sludge and their role in bioflocculation and settleability*. *Water Research*, 2001. 35(2): 339-350.
28. Shao, L., P. He, G. Yu, and P. He, *Effect of proteins, polysaccharides, and particle sizes on sludge dewaterability*. *Journal of Environmental Sciences*, 2009. 21(1): 83-88.
29. Gutierrez, O., D. Park, K.R. Sharma, and Z. Yuan, *Iron salts dosage for sulfide control in sewers induces chemical phosphorus removal during wastewater treatment*. *Water Research*, 2010. 44(11): 3467-3475.
30. Zhang, Y., S. Piccard, and W. Zhou, *Improved ADMI model for anaerobic digestion process considering physico-chemical reactions*. *Bioresource Technology*, 2015. 196: 279-289.
31. Taylor, M. and H.A. Elliott, *Influence of water treatment residuals on dewaterability of wastewater biosolids*. *Water Science and Technology*, 2013. 67(1): 180-186.
32. Liao, B.Q., I.G. Droppo, G.G. Leppard, and S.N. Liss, *Effect of solids retention time on structure and characteristics of sludge flocs in sequencing batch reactors*. *Water Research*, 2006. 40(13): 2583-2591.
33. Boeglin, J.-C., *Traitements et destinations finales des boues résiduaires*. 2000: Ed. *Techniques Ingénieur*.
34. Curvers, D., H. Saveyn, P.J. Scales, and P. Van der Meeren, *Compressibility of biotic sludges - An osmotic approach*. *Chemical Engineering Journal*, 2011. 166(2): 678-686.
35. Jin, B., B.-M. Wilén, and P. Lant, *Impacts of morphological, physical and chemical properties of sludge flocs on dewaterability of activated sludge*. *Chemical Engineering Journal*, 2004. 98(1): 115-126.

**Quatrième chapitre : développement d'un modèle
numérique permettant de simuler la déshydratation
mécanique des boues en cellule de filtration tangentielle**

Modeling the mechanical dewatering of activated sludge in a cross-flow filtration cell

J. Tosoni^a, R. Girault^a, A. Leonard^b, L. Fraikin^b, T. Merdjan^b, J.C. Baudez^a

^a UR TSCF, Irstea, Domaine des pallaquins, 03150, Montoldre, France

^b Laboratory of Chemical Engineering, Department of Applied Chemistry, University of Liège, FNRS, B6c, Sart Tilman, 4000 Liège, Belgium

I. Abstract

The objective of this paper is to develop a 3D dynamic model that can simulate the mechanical dewatering of activated sludge in a filter-press. The approach is based on the combination of (i) cross-flow filtration experiments (reproducing the process of a filter-press at the laboratory scale) and (ii) model development and validation. The behaviors of both the filtrate and solids are considered when building the model. The filtrate behavior is adapted from the most recent developments in filtration equations that are used to model sludge dewatering. Hence, these equations consider the impact of osmotic pressure driving the extraction and transport of the filtrate. This osmotic pressure is also considered to be representative of the interactions between solid particles and the extracellular polymeric substance matrix during sludge dewatering. After calibration, the model accurately simulates dewatering experiments and is able to predict the impact of filtration pressure on sludge dewatering efficiency. This model is very promising for process optimization and for understanding how intrinsic properties impact dewatering efficiency.

Keywords: Dewatering, Filter-press, sludge, modelling, osmotic pressure

II. Introduction

Wastewater treatment sludge is an environmental issue with economic and political overtones due to the cost and pollution concerns associated with its disposal and to the potential it constitutes as a renewable resource. Organic matter is the most valuable sludge compound for energy production or land application and is often used miles away from where it was produced. Thus, dewatering is a key process in sludge management because it concentrates the solid content. The efficiency of sludge dewatering is an important environmental, financial and operational concern.

Mechanical dewatering leads to a partial separation between the water and solid matter, and the filter-press, which is considered the most efficient process, can only reach 30% dry matter in activated sludge.

To overcome this technological barrier for process optimization, a better understanding of sludge liquid-solid separation in filter-presses is required, including the impact of sludge characteristics and applied treatments, such as anaerobic digestion [1-2].

From a physical perspective, sludge can be considered a solid particle suspension where complex interactions between particles occur. According to Keiding and Rasmussen [3], two phenomena drive the filtration dewatering process:

- Hydraulic resistance to filtration due to the volume occupied by the flocs during cake formation. This phenomenon is governed by the Ruth equation [4] derived from Darcy's equation [5-6].
- Osmotic effects within the flocs. Hence, as demonstrated by Legrand et al. [7], flocculated biotic sludge can be considered a low-charge anionic gel network. This structure is due to the extracellular polymeric substance (EPS) content of biotic sludge [8]. Hence, following the approach used to study cake formation during membrane filtration of colloidal suspensions, osmotic effects have two major consequences [9]:
 - (1) Osmotic pressure impacts the driving force for the transport and extraction of water in the cake. This driving force is the derivative of the difference between the applied and osmotic pressure. Its impact was demonstrated by Keiding and Rasmussen [3] and Curvers et al. [10]. Consequently, the sludge may exhibit extreme compressibility, as observed by Sørensen and Hansen [11]. Indeed, activated sludge shows a non-classical filtration behavior: an increase in applied pressure only weakly improves water extraction, which is unexpected.
 - (2) Osmotic phenomena also affect the way in which solid particles accumulate. Hence, repulsive interactions linked to osmotic phenomena tend to reduce the local accumulation of solid particles. For cake formation during membrane filtration of colloidal suspensions, this process can be modeled by applying a macroscopic diffusion model to solid particles ([9, 12]).

There is currently no model to synthesize the knowledge related to the dehydration of activated sludge.

The aim of this paper is to build a 3D dynamic numerical model that represents the processes that occur during activated sludge dewatering in a cross-flow filtration cell : a lab-scale representation of a filter-press. The two main applications of this model are as follows:

- A reduction in the number of experiments required to estimate the effects of important parameters on sludge samples (pressure and cake thickness [13]). Typically, only one experiment is required for model calibration, and the process can then be optimized by testing other configurations.
- An understanding of the impact that sludge properties have on dewatering efficiency. Indeed, as an example, in cross-flow filtration, characteristic data such as the specific resistance to filtration are not available from experiments because of the continuity of the process, so a non-constant volume of sludge is dewatered. However, this type of parameter could be calculated from a properly calibrated model.

The originality of this paper lies in the use of a dynamic simulation in 3D of a cross-flow filtration process, which is necessary to accurately represent what happens in an industrial filter-press.

III. Material and methods

The method is based on the synergies between the experimental and modeling approaches. The first set of experiments is used for process understanding and model calibration. The second set of experiments is used for model evaluation and validation.

1. Experiments

a. Sludge sampling and conditioning

Two different activated sludge samples were collected from two wastewater treatment plants, which were located in the cities of Moulins and Vichy (France). In the following discussion, Moulins sludge is referred to “sludge 1”, and Vichy sludge is referred to as “sludge 2”. To ensure constant sludge characteristics during the experiments, the sludge was stored at 6°C for no more than 5 days before experiments began.

To avoid the influence of the initial solids concentration, all of the sludge samples were thickened to the same concentration.

Next, the sludge was conditioned with a ferric chloride solution and then with a cationic polymer solution (provided by SNF FLOERGER® (FLOPAM EM 640 HIB)), both at the optimal dose, as discussed below.

This optimal dose of ferric chloride was determined by measuring the capillary suction time (CST). Because the CST curve differed from what is usually expected, as described by Zhen et al.[14], the chosen dose was considered to be the dose at which the slope of the CST curve changed (Figure 73).

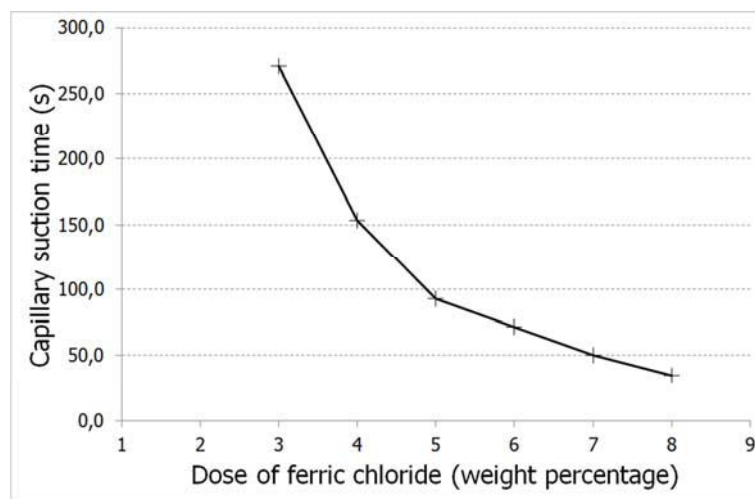


Figure 73 : Determination of the optimal dose of ferric chloride.

As discussed by Olivier et al. [15-16], the optimal dose of polymer was determined using a drainage test on a 630 μm sieve. The drainage efficiency of several samples conditioned with different polymer concentrations (after being conditioned at the optimal dose of ferric chloride) was determined by measuring the total filtrate mass of each sample. The appropriate dose is the one which allows the extraction of a maximum volume of filtrate in 2 minutes (Figure 74).

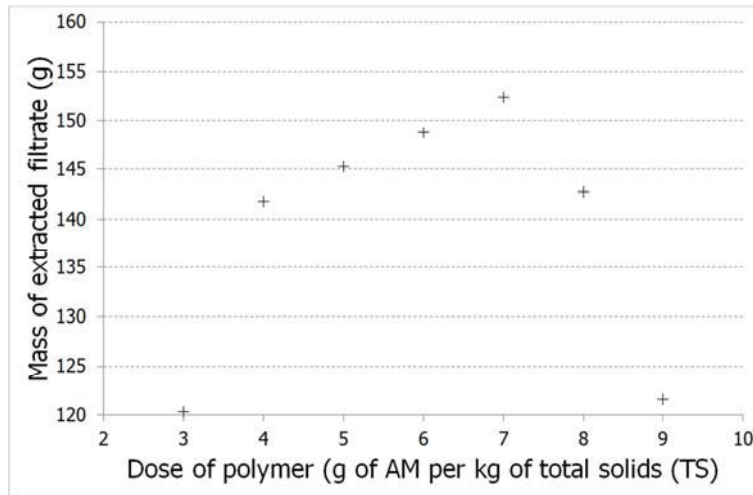


Figure 74 : Determination of the optimal dose of polymer.

In practice, the sludge was stirred at 120 rpm while ferric chloride was added. Stirring was then maintained for two minutes. Next, the polymer was added, and flocculation was performed by four successive transfers from bucket to bucket. The results of the conditioning tests are summarized in Tableau 12.

Tableau 12 : Optimal conditioning agent doses.

	Dose of ferric chloride(%_{TS})	Dose of polymer(g_{AM}.kg_{TS}⁻¹)
Sludge 1	6	7
Sludge 2	6	5

To obtain a conditioned sludge resembling injected sludge in industrial conditions, the sludge was conveyed through a volumetric pump similar to a pump that would feed an industrial filter press (Seepex[®] pump, 1 m³.h⁻¹).

b. Sludge characterization

Sludge was characterized by both the volatile fraction (i.e., the ratio of organic matter (OM) to total solids (TS)), as determined by standard methods [17], and the specific resistance to filtration. The results are summarized in Tableau 13.

Tableau 13 : OM/TS values for sludges 1 and 2.

	OM/TS
Sludge 1	79.6%
Sludge 2	72.1%

The specific resistance to filtration (SRF) was determined using filtration-compression analysis, as presented by Raynaud et al. [18], using Ruth's equation [4]. The duration of the experiment was 4 hours. SRF was determined as a function of cake dryness for various pressures (1, 3, 5 and 7 bars).

For each assay, the effect of cake dryness on the specific resistance to filtration is presented in Figure 75.

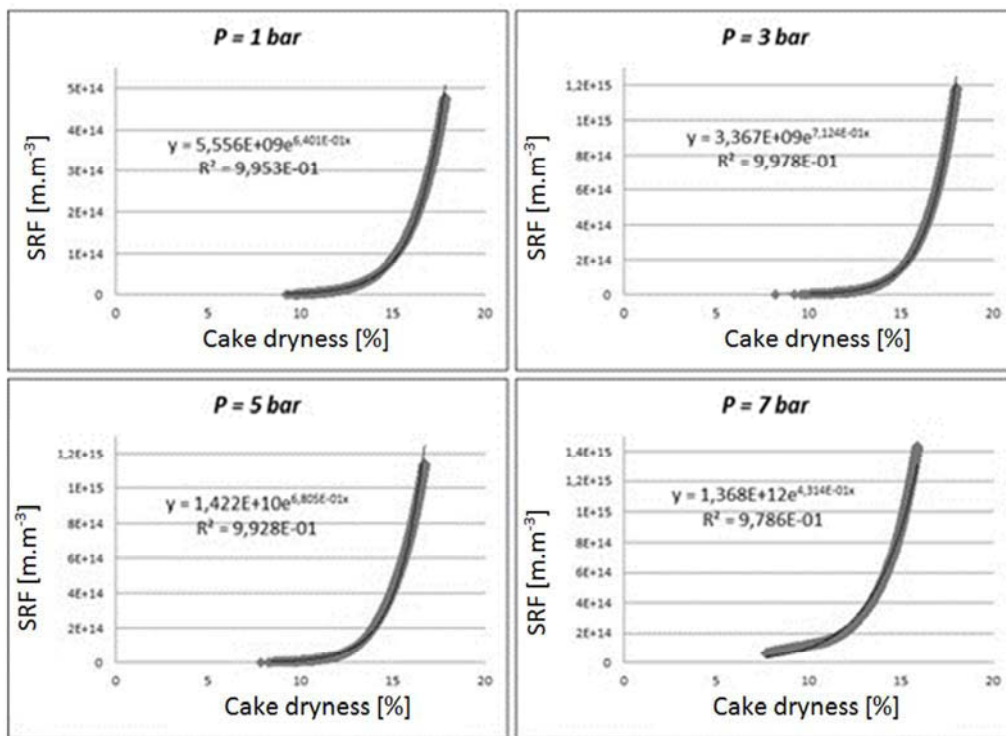


Figure 75 : Evolution of the specific resistance to filtration as a function of cake dryness for sludge 1 at four different pressures.

The results highlight that the shape of the SRF curve is well fitted by an exponential function of the cake dryness ($R^2 > 0.97$, regardless of the pressure value), over the range of pressure studied.

c. Experimental apparatus and design

Dewatering experiments were run in a tangential filtration cell composed of a 2.5 L tank and a filtration chamber (diameter =10 cm) of variable thickness connected via flexible piping (Figure 76).

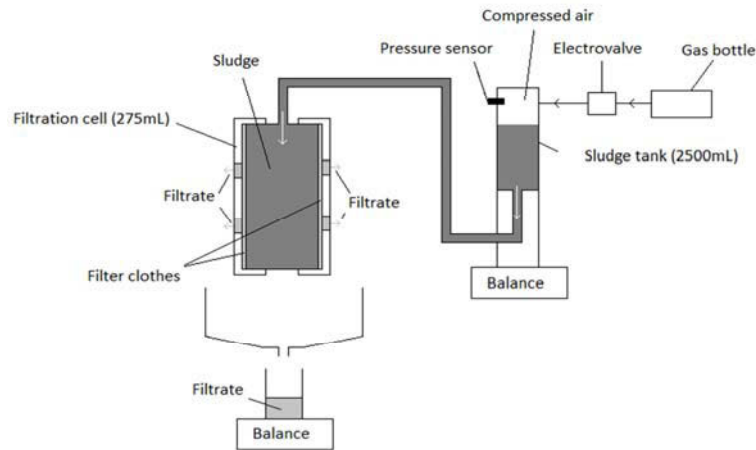


Figure 76 : Cross flow filtration cell.

The filter cloth was provided by SEFAR FYLTIS® (ref. 23 -1001-K-056 with an air permeability value of $910 \text{ L.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$). The pressure was applied by injecting pressured air into the tank.

The mass of sludge injected, the mass of extracted filtrate and the pressure were all recorded online during the entire experiment. At the end of the experiment, the average solid concentration of the cake was measured using standard methods [17].

Repeatability experiments were carried out. Because the sludge is fermentable, it was not possible to perform multiple measurements on one sample. The average standard deviation was therefore extended to all trials. The average standard deviation coefficient during the experiment for the mass of filtrate extracted was 2.1%; thus, the results can be considered to be highly repeatable.

Different experiments were conducted for model calibration and validation:

- Model calibration: The pressure was increased linearly from 0 to 8 bars in 1800 seconds and was then kept constant at 8 bars for 1000 seconds. The mass of extracted filtrate and the pressure were recorded online.
- Model validation: In the first step, the maximum applied pressure was varied from 3 to 15 bars; in the second step, the impact on the cake thickness was observed (from 25 to 45 mm).

2. Modeling approach

a. Equations

As discussed by Curvers et al.[10], the filtration of compressible materials is a complex process, which can be simulated accurately considering empirically determined relationships between local pressure, local solids concentration and local filtration resistance. Three phenomena were considered in this study: the filtrate flow, the transport of the solids and the continuity of the system (mass balance conservation). The system has two state variables: the liquid pressure P_L and the solid concentration C_S . A differential equation system was applied in 3 spatial directions (x, y, z) over a discretized element.

(i) *Solid behavior:*

The equation considered for solid behavior is described in equation (1):

$$+\rho_s \frac{\partial C_S}{\partial t} + C_S \nabla u_L - D \nabla \cdot (\nabla C_S) + Q_S = 0 \quad (1)$$

$$(1) \quad (2) \quad (3) \quad (4)$$

(1): The solid transport associated with the solid concentration due to dewatering.

(2): Convective term that represents the solid transport induced by the movement of the filtrate. Here, the streamlines for both the solid phase and the filtrate are considered to be similar.

(3): Resistive term related to the effects of osmotic phenomena on repulsive interactions between particles and, consequently, on local solid accumulations. This phenomenon is

represented, as in [9] and [19], by applying a macroscopic diffusion model to solid particles with Fick's law, which is commonly used to model the effects osmosis phenomena have on repulsive interactions between particles in organic material dewatering [20] [21]. The diffusion coefficient D [$\text{m}^2.\text{s}^{-1}$] is specific for each sludge and is assumed to be constant in the pressure range of this study. D is considered to be a calibration parameter associated with repulsive interactions between solid particles and the compressibility of the cake, which is induced by osmotic pressure changes.

(4): The mass source term [$\text{kg}.\text{m}^{-3}.\text{s}^{-1}$].

(ii) *Filtrate behavior:*

The filtrate behavior is described by the following equation (2):

$$+\frac{\rho_L}{\rho_S} \frac{\partial C_S}{\partial t} \quad -\rho_L \nabla u_L \quad +Q_L = 0 \quad (2)$$

(1) (2) (3)

(1): The filtrate flow associated with the solid concentration given the following:

- ρ_L : the density of the filtrate [$\text{kg}.\text{m}^{-3}$];
- ρ_S : the density of the solid [$\text{kg}.\text{m}^{-3}$];
- C_S : the solid concentration [$\text{g}.\text{kg}^{-1}$]

(2): The filtrate flow associated with the superficial flow through the discretized element. A modification of the porous flow equations (Darcy's equation [5, 22, 23]), as proposed by Ruth [4], is used. Hence, the following expression of the superficial velocity vector of filtrate is considered:

$$u_L = \frac{-1}{\mu_{L.RSF(S)}} \nabla P \quad (2)$$

- u_L : the superficial velocity vector of filtrate [$\text{m}.\text{s}^{-1}$]
- μ_L : the dynamic viscosity of the filtrate [$\text{Pa}.\text{s}$]
- ∇P the pressure gradient, also known as pressure drop [$\text{Pa}.\text{m}^{-1}$]

- SRF: the specific resistance to filtration of the medium [$\text{m}\cdot\text{m}^{-3}$]

To evaluate the effect of osmotic pressure on transport and extraction of water in the cake, which is associated with the highly compressible dewatering pattern of activated sludge, we considered the value of SRF to be a function of cake dryness. Indeed, an increase in cake dryness increases the impact of osmotic pressure on water removal. Considering the dewatering patterns observed in filtration-compression cells (dead-end filtration) (see section II.1.b), the SRF value is assumed to follow an exponential law as a function of cake dryness:

$$SRF = A \times e^{B \cdot Cs} \quad (3)$$

where A and B are model calibration parameters.

In the first approach, it was assumed that the pressure has no impact on SRF value. This assumption reduces the degrees of freedom of the model and improves the determination of calibration parameters. The validity of this assumption was evaluated in the validation step.

(3): The mass source term [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{s}^{-1}$].

(iii) *Continuity of the system*

To complete the equation system, classical continuity equations for solid and liquid fractions were considered (mass and momentum conservation).

b. Modeling Assumptions

The main modeling assumptions and associated justifications are presented in Tableau 14.

Tableau 14 : Considered assumptions for model development.

Assumption	Justification
Progressive granular medium	The sludge is considered as a solid particle suspension. The cake resistance change with dryness.
Double symmetrical cell	<p>To reduce the calculation time, the cell is cut into four pieces of identical dimensions, considering two perpendicular planes. The model provides results for a quarter of the filter cake. All data can be accessed via extrapolation.</p> <p>Then, the effect of gravity is considered negligible.</p> <p>For the vertical cutting plane both filter cloths have identical characteristics: none of them can generate preferential flow.</p>
Filter clothes capture 100% of the solid particles	The filter cloth is simulated as a semi-permeable membrane: the filtrate can flow, but the solid is retained at 100%. This means that the porosity of the filter cloth is less than the size of the smallest solid particles from the sludge.
Isotropy of the permeability	SRF value is the same in the 3 directions of space, across a discrete element.
Direct correlation between porosity and solid concentration.	<p>The porosity of the filter cake in a discrete element is determined via the local concentration of TS (C_S).</p> <p>The density of the solid phase is fixed at 1500 kg.m^{-3}. It was determined from the dry matter content in a cake of known volume and weight. It is supposed that the mean value of ρ_S is constant for all three sludge despite the complex composition.</p>
Constant fluid viscosity	Filtrate viscosity is considered constant during the dewatering process. The average viscosity of the filtrate, measured in Kinexus® rheometer with Couette geometry (Bob upper geometry C34 R1071SS7089249) is 2.10^3 Pa.s .

c. Model implementation and meshing

The model was implemented using computational fluid dynamics software (COMSOL Multiphysics™). The temporal resolution was performed via a parallel sparse direct solver (MUMPS solver). The time step was variable and had a maximum of ten seconds. The tolerance for the state variables was 10^{-3} .

The geometry of the quarter of the cell was discretized. The mesh was built with informal nodes, and the discrete elements were tetrahedrons. The maximum height of the tetrahedral was 3.55 mm, and when the phenomena were very heterogeneous (close to the sludge inlet), the mesh was more refined. The obtained meshing of the simulated filtration cell is shown in Figure 77.

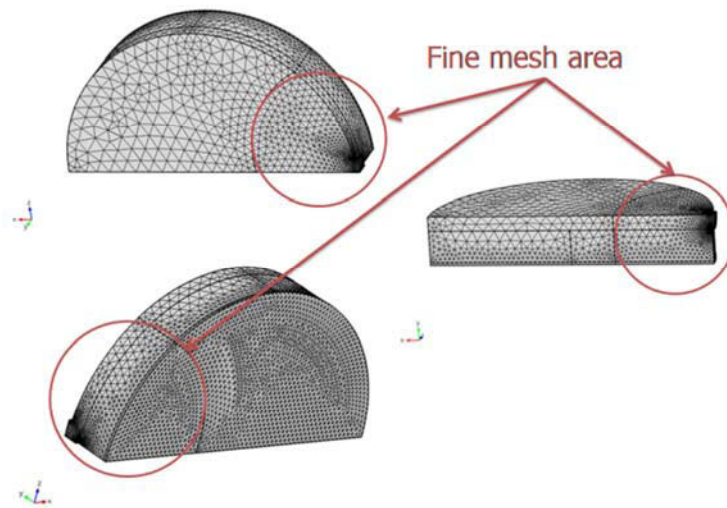


Figure 77 : Cross flow cell meshing.

d. Boundary and initial conditions

Figure 78 shows three cross-sectional views of the cell.

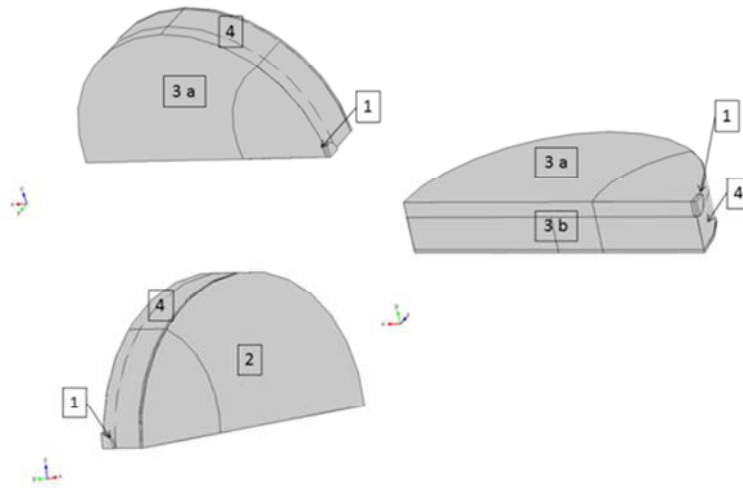


Figure 78 : Three views of the quarter of the filtration cell, built on COMSOL Multiphysics™ with numbered system boundaries.

The different boundaries are labeled to facilitate the description of the boundary conditions. Each boundary is described in Tableau 15.

Tableau 15 : Description of the boundaries of the filtration cell.

Boundary number	Description
(1)	Area for sludge injection in the cell, at defined concentration.
(2)	Filtrate drainage area corresponding to filter cloth.
(3a) and (3b)	Cutting planes of the cell.
(4)	Boundaries of the cell, impermeable to any stream.

(i) *Boundary conditions:*

- Sludge inlet at $C_S = 25 \text{ g.L}^{-1}$ through boundary (1), which is located at the intersection between the supply pipe and the filtration cell.

- Non-permeable boundaries (1), (3a), (3b) and (4) for the liquid and solid outlet:

$$F_{L,(1)-(3)-(4)} = F_{S,(1)-(3)-(4)} = 0 \quad (5)$$

with $F_{L,(i)}$ and $F_{S,(i)}$, as the liquid and solid flows, respectively, through the boundaries (i).

- Semi-permeable boundary (2). The liquid can flow, but the solid is retained by the filter cloth:

$$F_{S,(2)} = 0 \text{ and } F_{L,(2)} = F_{\text{extract}} \quad (6)$$

with F_{extract} as the extraction flow of the filtrate.

-The specific resistance of filtration of the cloth (r_S) was not considered.

- Symmetrical conditions on boundaries (3a) and (3b). All gradients are equal to zero on these surfaces.

(ii) *Initial conditions:*

Initially, the cell was filled with sludge at a TS concentration of 25 g.L^{-1} . The relative pressure in the cell and the velocity of liquid and solid were equal to zero.

e. Sensitivity analysis of model

The coefficient D and the two parameters A and B of equation (3) had to be calibrated first.

The initial value for D was arbitrarily set. The initial values for A and B, which corresponded to the exponential expression of SRF in the filtration-compression cell, were those obtained in filtration-compression experiments with a pressure of 3 bars for sludge 1, as discussed above ($A = 3.37 \cdot 10^9 \text{ m.m}^{-3}$ and $B = 0.71 \text{ kg.g}^{-1}$).

Prior to model calibration, a sensitivity analysis was performed. This analysis determined the impact of the calibration parameters on the simulation results.

To process this analysis, sensitivity indexes were calculated, as presented in [24] and [25] :

$$\delta_{ij} = \frac{p_i}{OF_j(p_i)} \times \frac{OF_j(p_i + \Delta p_i) - OF_j(p_i)}{\Delta p_i} \times 100 \quad (7)$$

Equation (7) was used to calculate the sensitivity index for each objective function and each parameter. $OF_j(p_i)$ is the objective function j and is estimated with p_i as the value of the parameter. Δp_i is the absolute variation of the parameter p_i . δ_{ij} is the sensitivity index for the objective function OF_j and the parameter p_i .

Each calibration parameter (p_i) is considered.

The objective function $OF_j(p_i)$ is the average concentration of total solids in the cake C_S .

Any individual parameter with a strong impact resulted in a higher sensitivity index. The interpretation of the sensitivity index values quantified the impact of each calibration parameter on the simulation results (direction and magnitude). A positive index implies that increasing the parameter induces a positive variation in the objective function. A negative index implies that increasing the parameter induces a negative variation in the objective function.

f. Model calibration

(i) Determination of the optimum set of parameters

Calibration was performed using the simplex method [26]. This method involves minimizing the sum of squared deviations between the experimental and simulated evolutions of filtrate volume as a function of time. The minimum sum of squares deviation is written SSD_{\min} .

(ii) Determination of the calibration parameters

The uncertainty of the calibration parameters was analyzed for each pair of parameters (considering the third parameter at its optimal value). Hence, parameter uncertainty was calculated with a method adapted from the literature [27, 28]. All sets of parameters, such as $SSD < SSD_{\text{critical}}$, were determined with confidence regions for each pair. The SSD_{critical} value was considered to be the sum of squares deviation between the model after calibration and the experimental curve with the addition of two standard deviation values (as defined in III.1.c). The boundaries of the confidence region of each pair of parameters were thus determined with a confidence level of 95%.

IV. Results

1. Experimental results

The results of dewatering experiments are shown in Figure 79 and Figure 80, which represent the time evolution of the volume of filtrate and the evolution of the cake dryness, respectively. In addition, the evolution of dewatering rates is presented in Figure 81.

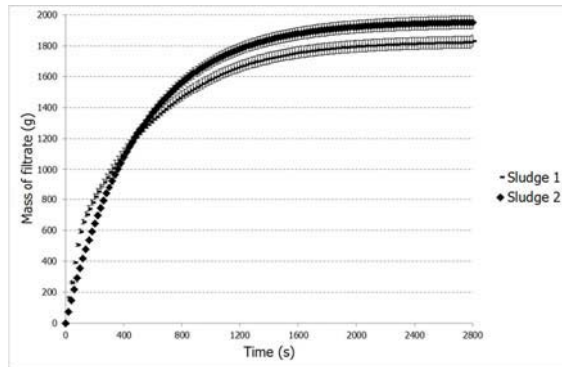


Figure 79 : Evolution of filtrate mass during filtration experiments

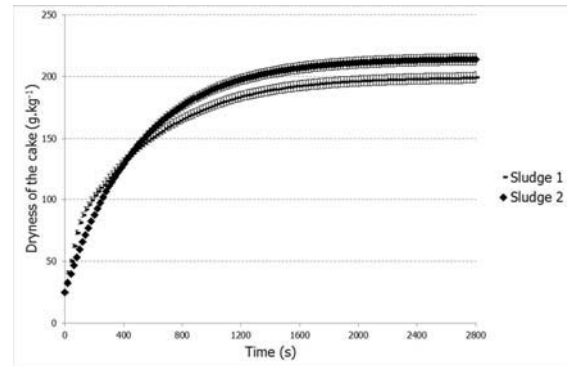


Figure 80 : Evolution of cake dryness during filtration experiments.

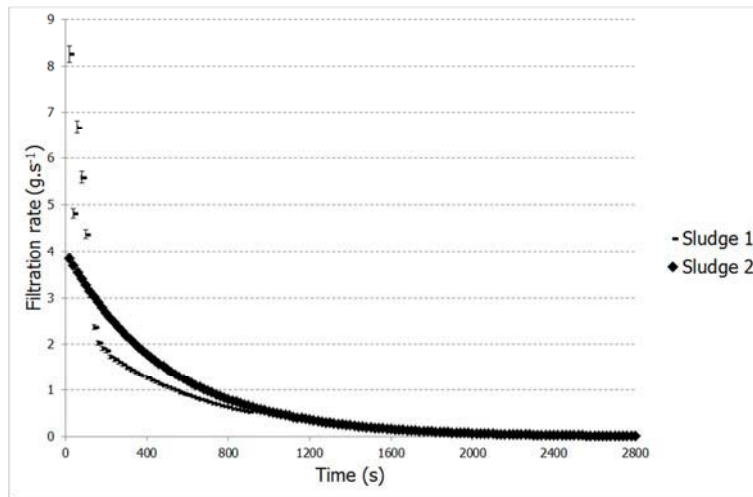


Figure 81 : Evolution of the filtration rates during filtration experiment.

When filtration is dominant (for the first 120 seconds), the dewatering rate for sludge 1 is higher than that of sludge 2. Then, when filtration and compression occur simultaneously (between 120 and 1800 s), the dewatering rate decreases faster for sludge 1 than for sludge 2. Hence, between $t=300$ s and $t=1800$ s, the dewatering rate of the sludge 1 decreases by more than 90% (from 1.51 g.s^{-1} to 0.10 g.s^{-1}), and the dewatering rate of the sludge 2 decreases by more than 95% (from 2.19 g.s^{-1} to 0.10 g.s^{-1}). Finally, when compression is dominant (between $t=1800$ s and $t=2800$ s), the dewatering rates of the two sludge samples are similar (0.05 g.s^{-1}).

The final cake dryness for sludge 1 is $200 \pm 4 \text{ g.kg}^{-1}$ and $212 \pm 5 \text{ g.kg}^{-1}$ for sludge 2, which is a gain of 7.2% for sludge 2.

At the end of filtration, the sludge 2 solid content is higher than that of sludge 1, though it has a lower dewatering rate. This result can be explained by the origin and characteristics of each sludge: sludge 1 was sampled from a static thickener. The sludge retention time of this decanter is approximately 2.5 days. As described by Liao et al. [29], aging helps stabilize the floc. Stabilized flocs release their surface water, thereby improving drainage [30, 31] and consequently improving the filtration phase. In addition, Agoda-Tandjawa et al. [32] showed that time impacts the water-solid interactions by increasing the amount of free water in the sludge floc. Therefore, aging can explain the higher filtration rate for sludge 1. In addition, sludge 1 has a higher volatile fraction than sludge 2. Hence, as highlighted in the literature [33, 34], the more organic the sludge is, the higher its compressibility is, due to osmotic effects. A sludge with a high volatile fraction can result in a lower dewatering rate during the compression phase, thus inducing a lower final cake dryness.

2. Sensitivity analysis of the dewatering model

Figure 82 shows the sensitivity indexes for the average solid concentrations of the cakes, which were calculated from the final cake dryness. The selected Δp_i is +/- 50%, depending on the direction of variation.

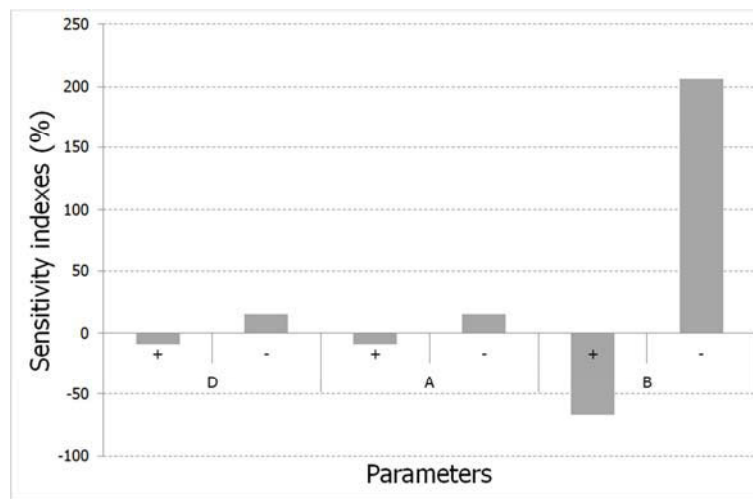


Figure 82 : Sensitivity indexes of model parameters calculated for final cake dryness (+/- signs represent the direction of the parameter variation).

B is the most sensitive parameter: an increase in B generates a sensitivity index of approximately -67%, whereas decreasing B generates a sensitivity index of approximately +206%. Additionally, the dewaterability of the sludge decreases when B increases. Increasing A generates a sensitivity index of approximately -9%, but reducing it generates a sensitivity index of approximately 15%. Dewaterability decreases with an increase of A.

It must be stressed that an increase or decrease of A or B does not have the same impact on the final results. The effects are asymmetrical: a decrease in B modifies the final cake dryness approximately 3 times more than an increase. A decrease in A modifies the final cake dryness approximately 1.5 times more than an increase.

Increasing D generates a sensitivity index of approximately -9%, whereas decreasing D induces a sensitivity index of approximately 17%. Hence, increasing D increases the osmotic pressure of the solid matrix, thus limiting the dewatering performances, and therefore generates a lower final cake dryness. The effects are asymmetrical: a decrease in D modifies the cake dryness approximately 1.5 times more than does a reduction in D.

3. Model calibration

Figure 83 shows the evolution of experimental and simulated filtrate mass values during dewatering experiments.

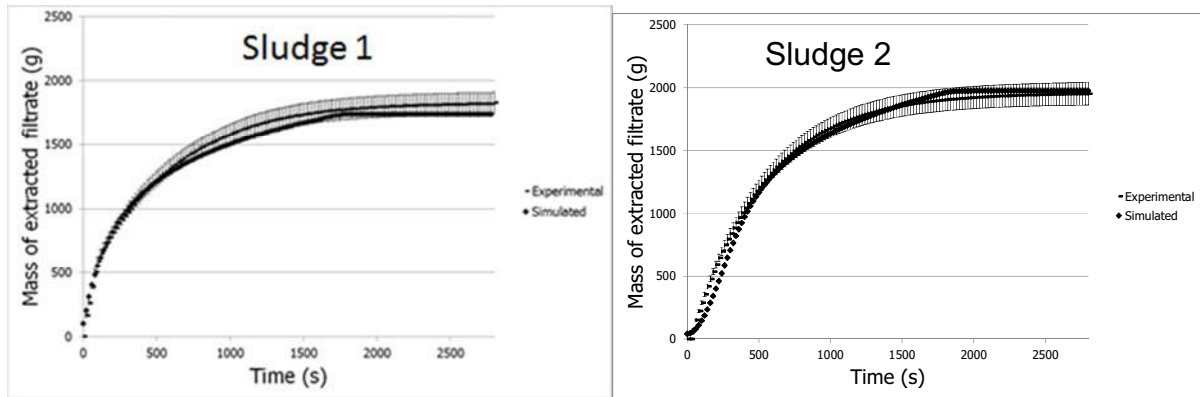


Figure 83 : Comparison between simulated and experimental evolution of the mass of filtrate during dewatering experiment.

The calibrated parameters are listed in Tableau 16.

Tableau 16 : Calibration parameter values.

	A(m.m⁻³)	B (kg.g⁻¹)	D (m².s⁻¹)
Sludge 1	$1.82 \cdot 10^9 \pm 1.10^8$	3.35 ± 2.10^{-2}	$1.80 \cdot 10^{-3} \pm 2.10^{-5}$
Sludge 2	$4.56 \cdot 10^{11} \pm 1.10^8$	2.67 ± 2.10^{-2}	$7.5 \cdot 10^{-5} \pm 2.10^{-5}$

When filtration dominates, simulations and experiments are in good agreement because they are statistically equivalent with a confidence interval of 95%.

On the contrary, when compression dominates, the simulated curve reaches a horizontal asymptote, while the experimental curve continues to increase, which agrees with previously published results [18]. A first explanation for this result may come from the initial assumptions considered for the simulation of the solids behavior. Hence, in this paper, the effect of osmotic pressure on interactions between solid particles was considered by using a macroscopic diffusion model with a constant diffusion coefficient (D). However, some studies regarding the modeling of colloidal suspension filtration [9] or food material dewatering [20-21] consider a more complex definition of the D coefficient. In particular, the impact of

osmotic pressure and viscosity of the EPS matrix on the value of D could be considered to improve the model.

The value of D is lower for sludge 2 than for sludge 1. Hence, the negative impact of osmotic effects is more important for sludge 1 than for sludge 2.

In addition, Figure 84 shows the value of the SRF (considering calibrated A and B values) as a function of the cake dryness.

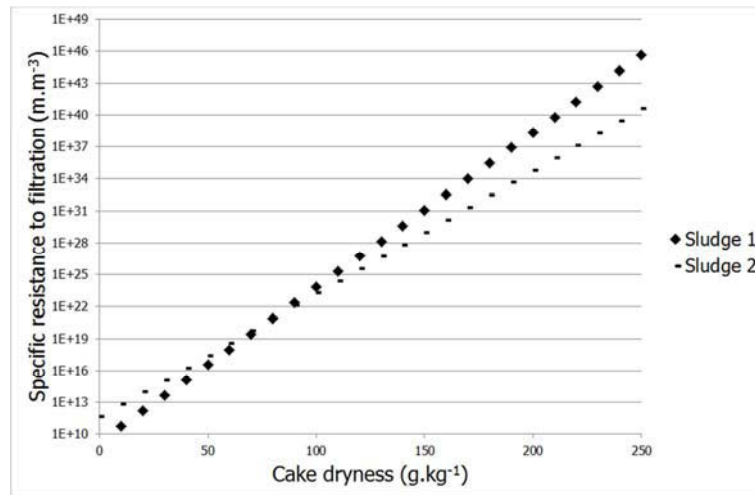


Figure 84 : Calculated specific resistance to filtration in cross flow cell as a dryness function for sludge 1 and 2.

At the beginning of dewatering experiments, the specific resistance to filtration is smaller for sludge 1. This trend is reversed when the cake dryness is higher than 85 g.kg⁻¹ (at approximately 120 seconds in dewatering experiments, according to figure 8). The experimental results shown in figure 9 highlight that the dewatering rate is higher for sludge 1 than for sludge 2 until a time of 120 seconds. As a consequence, calibrated values for the parameters associated with specific resistance to filtration are consistent with the experimental results. Moreover, the dewatering rate is directly linked to the value of the specific resistance to filtration.

Calibration parameter values can be connected with the dewaterability of sludge samples. Hence, because the calibrated value for A for sludge 1 is smaller than that for sludge 2, the results highlight that the resistance to filtration is lower when the interactions between solid particles are not significant. Nevertheless, the higher values for parameters B and D for sludge 1 highlight the more important effects of osmotic phenomena on the extraction of filtrate and on the interactions between solid particles, which occurs when the cake dryness increases. The final cake dryness, therefore, is smaller for sludge 1 than for sludge 2.

4. Mathematical certainty of the parameters

In this section, the mathematical uncertainty of the calibrated parameter set is assessed. This determines whether the experimental data are sufficient for calculating the calibration parameters, given the degrees of freedom of the model.

Confidence regions for each possible parameter couple are determined and plotted in Figure 85, Figure 86 and Figure 87.

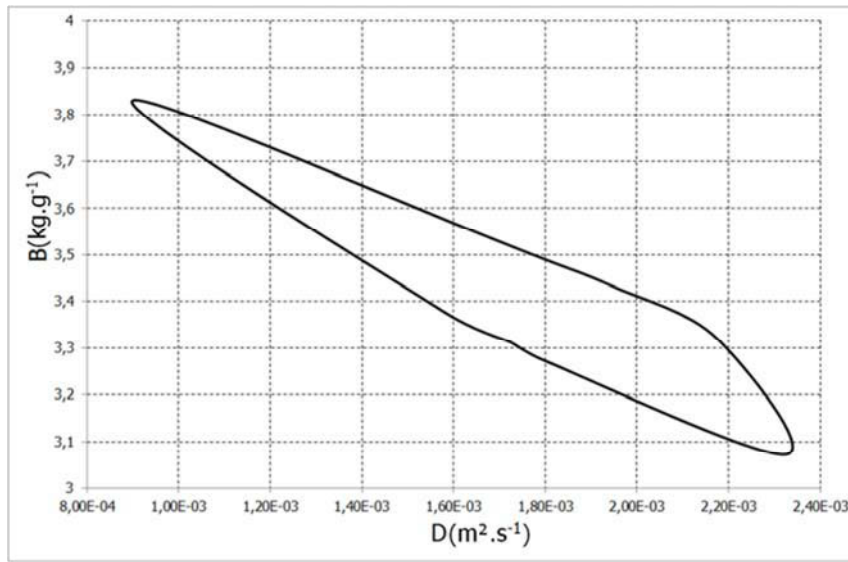


Figure 85: Confidence region for D and B obtained for sludge 1.

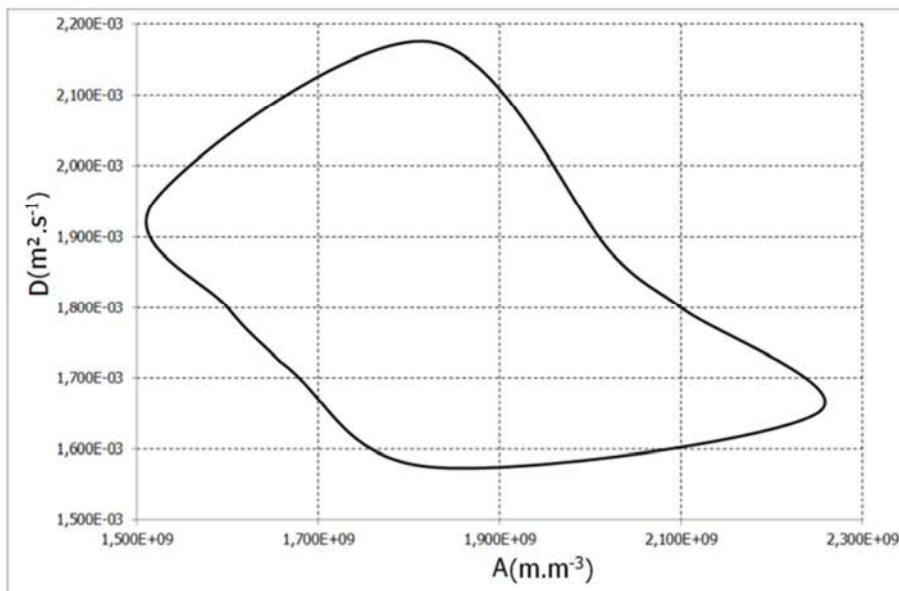


Figure 86 : Confidence region for D and A obtained for sludge 1

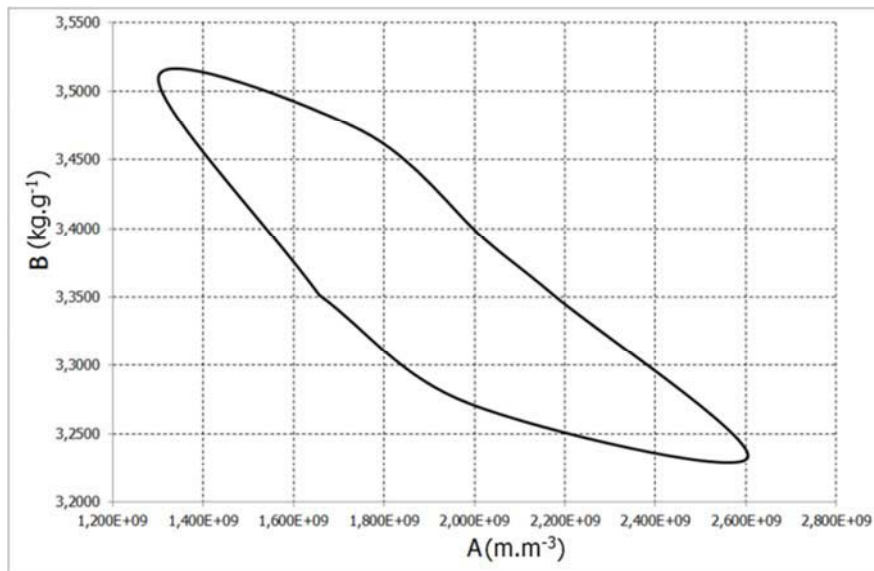


Figure 87 : Confidence region for A and B obtained for sludge 1.

The results highlight that a decrease in D has the same impact on simulation results as an increase in B. The confidence interval amplitude of B is 23%, and the confidence interval amplitude of D is approximately 79%. This is consistent with the results of model sensitivity analysis. The impacts of these confidence regions on simulation results are in the same direction, which explains the shape of the confidence region. In addition, the sensitivity index for D is lower than the index for B. The more sensitive a parameter is, the lower the importance of the parameter uncertainty is.

All of the confidence regions form a closed bubble, which indicates that all of the parameters are mathematically identifiable.

The maximum amplitude for the confidence interval is 79% for D; 71% for A and 23% for B. Regarding the calibrated parameter values, the confidence interval amplitudes highlight that the dewatering properties of sludge 1 and 2 can be considered significantly different, even if they are two types of waste activated sludge.

5. Analysis of the 3D simulation results

First, the results of the 3D simulation were analyzed for the evolution of dryness in the filtration cell during the dewatering experiment.

The simulation results for sludge 1 are presented in Figure 88.

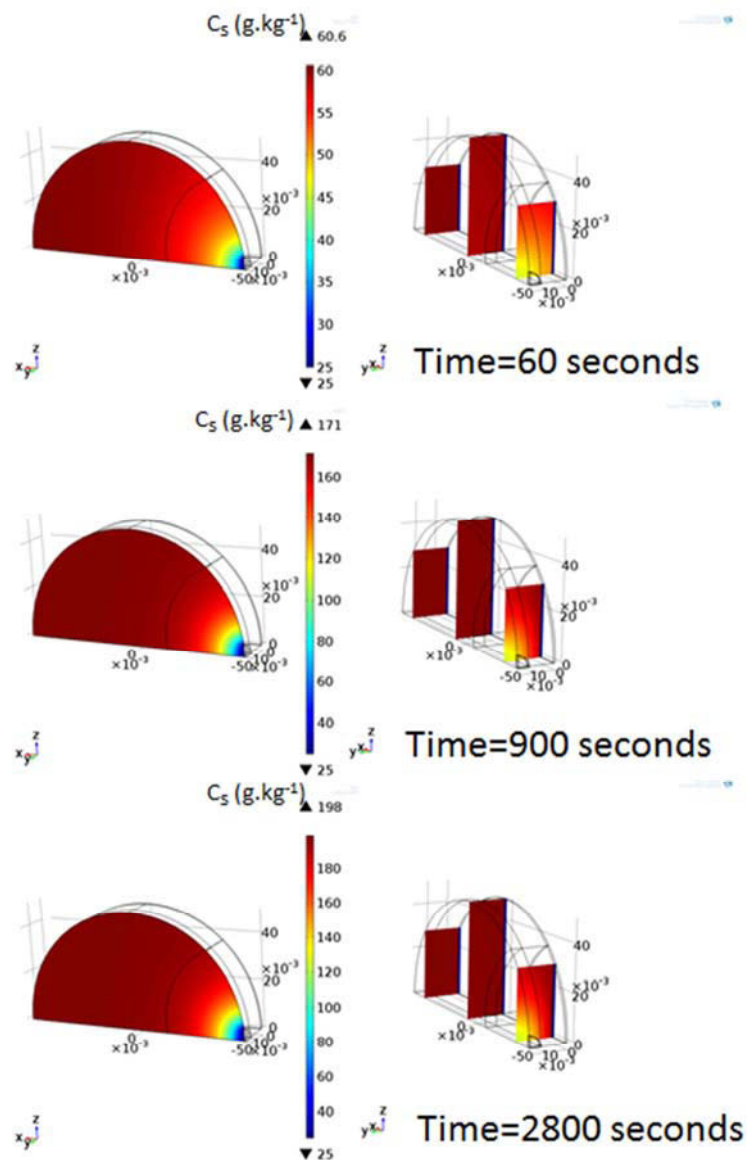


Figure 88 : Simulated dryness mapping in the filtration cell during experiment for sludge 1 (figures on the right are transversal cutting planes and figures on the left are radial cutting planes).

The same types of results are observed for sludge 2, with a higher average dryness. To interpret these results, two different areas can be identified: the area close to the sludge inlet and the rest of the cell.

The area close to the sludge inlet has a significantly lower dryness value than does the rest of the cell. In this area, a dryness gradient is observed from a maximum dryness value to the dryness value of the initial sludge. The volume of this area decreases during the experiment (mainly at the beginning of the experiment), but the dryness gradient is always noticeable. This phenomenon can be attributed to the sludge inlet being continuous during the experiment. Then, regardless of the duration of the experiment, the sludge closest to the input pipe is always fresh material that has been partially dewatered.

In the rest of the cell, there is no significant dryness gradient in any direction. However, the average dryness value in this area increases with time. Hence, in this region, the dewatering processes can be considered homogeneous and continuous. These results in cross-flow filtration cells do not highlight any significant transversal dryness gradient, which disagrees with the results published by Raynaud [35]. No dense layer is observed close to the filter cloth. To verify this assertion, we evaluated the transversal cartography of cake dryness for sludge 2. We used X-ray microtomography analysis in three parts of the cake after dewatering: near the sludge inlet, in the middle of the cake, and near the bottom of the cake, as described by Leonard et al. [36]. The absorbance of X-ray radiation is correlated with the local cake dryness. Figure 89 shows the X-ray microtomography analyses of the cakes from the cross-flow filtration cell.

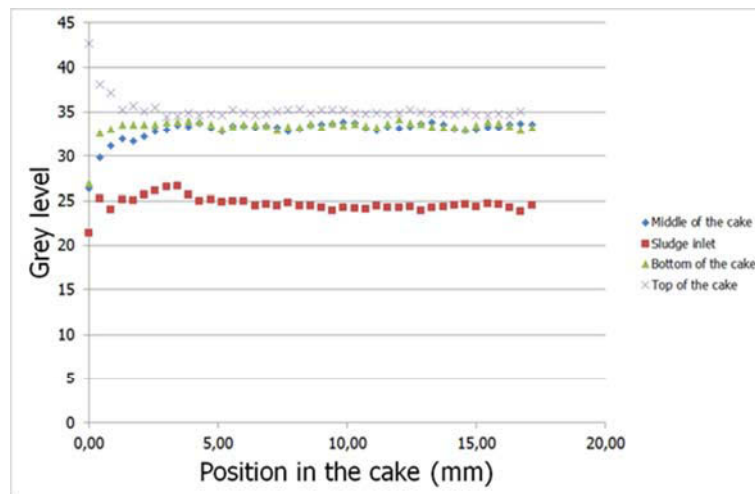


Figure 89 : Grey levels obtained from cake analysis by X-ray microtomography.

As described by Leonard et al. [36], the grey level correlates with the X-ray absorbance of the cake and the local cake dryness. Hence, a higher grey level reveals a higher local dryness in the cake. Regardless of the position in the cake, no significant gradient of cake dryness is observed, with the exception of the area near the filter cloth. However, at less than 1 mm from the filter cloth, the X-ray absorbance of the cake slightly decreases, which indicates that the dryness of the cake decreases near the filter cloth. The analysis of the X-ray microtomography results confirms the absence of a denser layer near the filter cloth of flocculated sludge, dewatered in a cross-flow filtration cell. These findings experimentally validate the simulation results. Two assumptions explain the absence of a dense layer near the filter cloth: first, the results of Raynaud et al. [35] were obtained in filtration compression cell, where dead-end filtration processes facilitate the migration of fine particles in the cake responsible for the dense layer closer to the filter cloth. Second, Raynaud et al. [35] proceeded in their

experiments using raw, non-conditioned sludge. In our work, the sludge was conditioned, and it may be stated that sludge conditioning mitigates fine particle migration, thus improving the homogeneity of the dewatering processes.

Additionally, the results of the 3D simulation were analyzed in terms of streamline evolution within the filtration cell. Figure 90 shows the filtrate streamlines at 20 seconds and 2800 seconds.

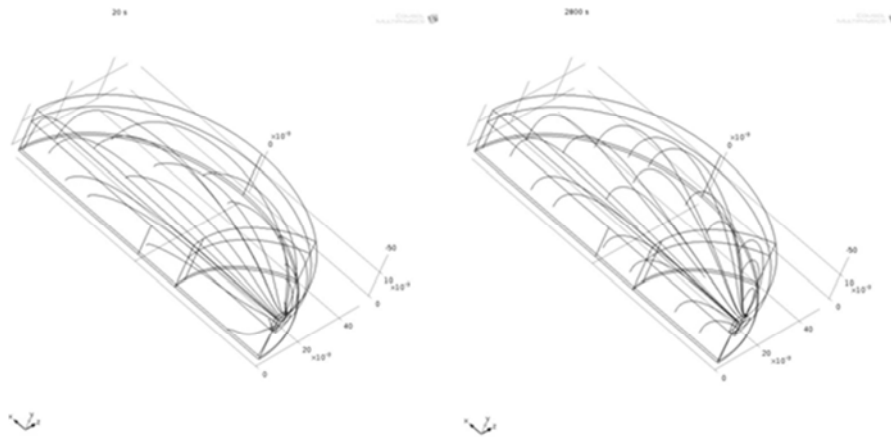


Figure 90 : Simulated filtrate streamlines for sludge 1, at $t = 20s$ (on the left) and at $t = 2800s$ (on the right).

Initially, when the cake is not yet structured and the filtrate and solid flows are altered by neither structure nor cake resistance, the streamlines tend to go straight from the inlet to the filter cloth. Consequently, the local pressure gradient can be estimated by the local pressure difference divided by the distance between the inlet and the filter cloth. At the end of filtration, the streamlines have diverged. The filtrate first flows in the center of the cake and then turns in the direction of the filter cloth. Hence, at this stage, the extraction of the filtrate is driven by the structure and resistance of the cake, and the filtrate follows the path that requires the least energy. The mean pressure gradient becomes more complex to estimate: the total distance between the inlet and the outlet (i.e., the curvilinear abscissa) must be determined prior to the gradient calculation.

6. Validation of the model

The ability of the model to simulate the impact of pressure and cake thickness on cake dryness was evaluated by comparing the simulation and experimental results. The simulation results were obtained with the calibrated parameters defined in IV.3. The calibrated model enables the simulation of the impact of pressure on dewatering performance, as shown in Figure 91, for cake dryness.

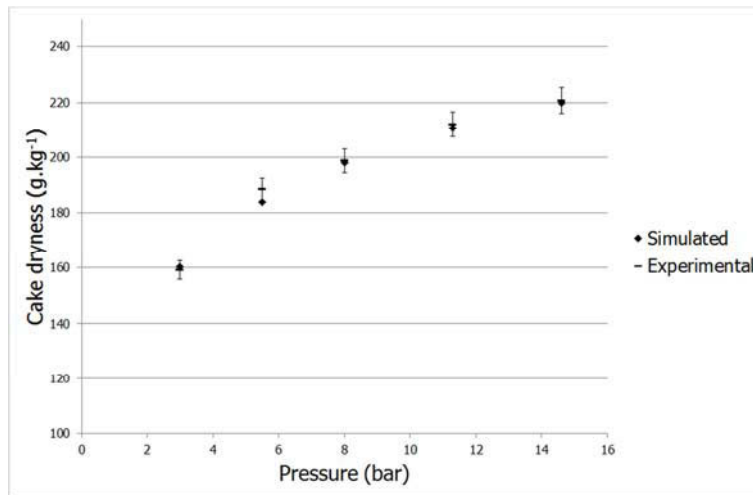


Figure 91 : Comparison between simulated and experimental impact of filtration pressure on cake dryness.

Hence, a single test was carried out with 8 bars filtration pressure, which allowed us to calibrate the model; then, the average dryness of the cake could be estimated by simulation for filtration pressures between 3 and 15 bars. This result validates the assumptions made regarding the compressibility of sludge subjected to osmotic effects.

Nevertheless, as shown in Figure 92, the effect of cake thickness on the simulation results does not match our experimental results.

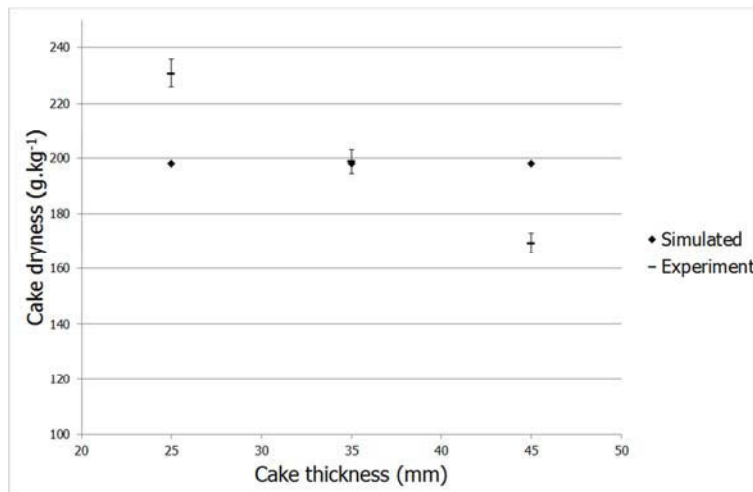


Figure 92 : Comparison between simulated and experimental impact of cake thickness on cake dryness.

To explain this difference, an analysis of model assumptions is required. In our equations, the cake thickness only impacts the pressure gradient through modification of the filtrate pathway length. Therefore, the pressure gradient calculation can be improved by considering the real pathway of the filtrate from the inlet to the outlet. Simulated streamlines determined the mean length of the filtrate pathway in the cell for different cake thicknesses. Hence, when the cake

thickness increases from 35 mm to 45 mm, the mean length of the filtrate pathway in the cell only increases by 7%. In the developed model, the cake thickness slightly impacts the pressure gradient and all related filtration rates. To improve the model, more data are required to understand the impacts of cake thickness on the driving force of filtration extraction. There are likely complex interactions in the gel structure constituted by the EPS matrix (Legrand et al., 2006), and the impact on filtrate extraction must be understood more thoroughly and considered in the future.

V. Conclusion

In this paper, an original numerical dynamic model was developed to simulate mechanical sludge dewatering in a cross-flow filtration cell by reproducing the phenomena that occur in filter-presses at a laboratory scale. Sludge dewatering was simulated in three dimensions in a cross-flow cell, which represents filter-press processes. The developed model considers equations for filtrate flow with a specific resistance to filtration that is expressed as a function of cake dryness. In addition, equations associated with the solids behavior consider the impact of osmotic pressure on cake formation as a result of compressibility. The main conclusions of this paper are as follows:

- Simulation results match with experiments for studied sludges, which validates the hypothesis for the simulation of osmotic pressure effects.
- The calibration procedure enables the determination of an adjusted parameter set with an acceptable mathematical uncertainty.
- The developed model can predict the impact of filtration pressure on dewatering experiments: a single test, carried out with 8 bars filtration pressure, can calibrate the model; then, the average dryness of the cake can be estimated for filtration pressures between 3 and 15 bars. The developed model is not able to simulate the impact of cake thickness on dewatering performance. Complex interactions in the EPS gel matrix in the cake must be understood more clearly and in more detail in the model if we wish to simulate the effects of this parameter.

The developed model can be used for filter-press optimization. Hence, only one experiment associated with the numerical approach needs to be used to optimize the filtration pressure.

Finally, the determination of calibration parameters, which are associated with inaccessible intrinsic properties of the sludge impacting dewaterability, could enable a better

understanding of the impact of sludge properties on dewatering performance, including the impact of anaerobic digestion on sludge dewaterability.

VI. Acknowledgments

The authors thank the Auvergne Region and Office National de l'Eau et des Milieux Aquatiques (Onema) for their funding support.

VII. References

1. Houghton, J., J. Quarmby, and T. Stephenson, *The impact of digestion on sludge dewaterability. Process Safety and Environmental Protection*, 2000. 78(2): 153-159.
2. Ye, F., X. Liu, and Y. Li, *Extracellular polymeric substances and dewaterability of waste activated sludge during anaerobic digestion. Water Science & Technology*, 2014. 70(9): 1555-1560.
3. Keiding, K. and M.R. Rasmussen, *Osmotic effects in sludge dewatering. Advances in Environmental Research*, 2003. 7(3): 641-645.
4. Ruth, B., *Correlating filtration theory with industrial practice. Industrial & Engineering Chemistry*, 1946. 38(6): 564-571.
5. Darcy, H., *Les fontaines publiques de la ville de Dijon: exposition et application*. 1856: Victor Dalmont.
6. Shifrin, E.G. and N.A. Gusev, *Filtration equations and the Darcy law. Doklady Physics*, 2010. 55(12): 615-619.
7. Legrand, V., D. Hourdet, R. Audebert, and D. Snidaro, *Deswelling and flocculation of gel networks: application to sludge dewatering. Water Research*, 1998. 32(12): 3662-3672.
8. Wilén, B.-M., M. Onuki, M. Hermansson, D. Lumley, and T. Mino, *Microbial community structure in activated sludge floc analysed by fluorescence in situ hybridization and its relation to floc stability. Water Research*, 2008. 42(8): 2300-2308.
9. Bacchin, P., B. Espinasse, Y. Bessiere, D.F. Fletcher, and P. Aimar, *Numerical simulation of colloidal dispersion filtration: description of critical flux and comparison with experimental results. Desalination*, 2006. 192(1): 74-81.
10. Curvers, D., H. Saveyn, P.J. Scales, and P. Van der Meer, *Compressibility of biotic sludges - An osmotic approach. Chemical Engineering Journal*, 2011. 166(2): 678-686.
11. Sørensen, P.B. and J.A. Hansen, *Extreme solid compressibility in biological sludge dewatering. Water Science & Technology*, 1993. 28(1): 133-143.
12. Bacchin, P., D. Si-Hassen, V. Starov, M. Clifton, and P. Aimar, *A unifying model for concentration polarization, gel-layer formation and particle deposition in cross-flow membrane filtration of colloidal suspensions. Chemical Engineering Science*, 2002. 57(1): 77-91.
13. Tosoni, J., J.C. Baudez, and R. Girault, *Effect of operating parameters on the dewatering performance of press filters: a sensitivity analysis. Drying Technology*. In press., 2015.
14. Zhen, G., X. Lu, B. Wang, Y. Zhao, X. Chai, D. Niu, A. Zhao, Y. Li, Y. Song, and X. Cao, *Synergetic pretreatment of waste activated sludge by Fe(II)-activated persulfate oxidation under mild temperature for enhanced dewaterability. Bioresource Technology*, 2012. 124: 29-36.
15. Olivier, J., J. Vaxelaire, and P. Ginisty, *Gravity drainage of activated sludge: from laboratory experiments to industrial process. Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 2004. 79(5): 461-467.
16. Ginisty, P., J. Olivier, J. Vaxelaire, and V. Lafitte, *Correlation between floc characteristics and drainability properties: how to define a good flocculation. 11th World Filtration Congress, WTC 2012, Session L-14 Preatreatment, Graz (Austria), 16-20 April 2012, 2012*.
17. Awwa, A., *Standard methods for the examination of water and wastewater. Washington, DC Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 1998. 20.
18. Raynaud, M., J. Vaxelaire, P. Heritier, and J.C. Baudez, *Activated sludge dewatering in a filtration compression cell: deviations in comparison to the classical theory. Asia - Pacific Journal of Chemical Engineering*, 2010. 5(5): 785-790.
19. Espinasse, B., *Approche théorique et expérimentale de la filtration tangentielle de colloïdes: flux critique et colmatage*, 2003, Université Paul Sabatier-Toulouse III.

20. Kaymak-Ertekin, F. and M. Sultanoglu, *Modelling of mass transfer during osmotic dehydration of apples*. *Journal of Food Engineering*, 2000. 46(4): 243-250.
21. Azoubel, P.M. and F.E.X. Murr, *Mass transfer kinetics of osmotic dehydration of cherry tomato*. *Journal of Food Engineering*, 2004. 61(3): 291-295.
22. Yukseker, H., U. Yetis, and I. Tosun, *Current status of filtration theory*. *Journal of Residuals Science & Technology*, 2005. 2(4): 205-214.
23. Wakeman, R.J. and E. Tarleton, *Filtration: equipment selection, modelling and process simulation*. 1999: Elsevier.
24. Girault, R., P. Rousseau, J. Steyer, N. Bernet, and F. Beline, *Combination of batch experiments with continuous reactor data for ADMI calibration: application to anaerobic digestion of pig slurry*. *Water Science & Technology*, 2011. 63(11): 2575-2582.
25. Dochain, D. and P.A. Vanrolleghem, *Dynamical modelling and estimation in wastewater treatment processes*. 2001: IWA publishing.
26. Nelder, J.A. and R. Mead, *A simplex method for function minimization*. *The computer journal*, 1965. 7(4): 308-313.
27. Batstone, D.J., P.F. Pind, and I. Angelidaki, *Kinetics of thermophilic, anaerobic oxidation of straight and branched chain butyrate and valerate*. *Biotechnology and Bioengineering*, 2003. 84(2): 195-204.
28. Girault, R., G. Bridoux, F. Nauleau, C. Poullain, J. Buffet, J.-P. Steyer, A. Sadowski, and F. Béline, *A waste characterisation procedure for ADMI implementation based on degradation kinetics*. *Water Research*, 2012. 46(13): 4099-4110.
29. Liao, B.Q., D.G. Allen, I.G. Droppo, G.G. Leppard, and S.N. Liss, *Surface properties of sludge and their role in bioflocculation and settleability*. *Water Research*, 2001. 35(2): 339-350.
30. Liao, B.Q., I.G. Droppo, G.G. Leppard, and S.N. Liss, *Effect of solids retention time on structure and characteristics of sludge flocs in sequencing batch reactors*. *Water Research*, 2006. 40(13): 2583-2591.
31. Liss, S., B. Liao, I. Droppo, D. Allen, and G. Leppard, *Effect of solids retention time on floc structure*. *Water Science & Technology*, 2002. 46(1-2): 431-438.
32. Agoda-Tandjawa, G., E. Dieudé-Fauvel, R. Girault, and J.-C. Baudez, *Using water activity measurements to evaluate rheological consistency and structure strength of sludge*. *Chemical Engineering Journal*, 2013. 228: 799-805.
33. Zhang, Z. and D. Wu, *Study on the compressibility for municipal solid waste with higher content of organic matter*. in *2nd International Conference on Information Science and Engineering, ICISE2010 - Proceedings*. 2010.
34. Girault, R., G. Bridoux, F. Nauleau, M. J.C., F. Beline, and E. Dieudé-Fauvel, *Effect of digested sludge properties on mechanical dewatering efficiency: an experimental approach*. *Drying Technology*. In press., 2015.
35. Raynaud, M., P. Heritier, J.C. Baudez, and J. Vaxelaire, *Experimental characterisation of activated sludge behaviour during mechanical expression*. *Process Safety and Environmental Protection*, 2010. 88(3): 200-206.
36. Léonard, A., S. Blacher, P. Marchot, J.P. Pirard, and M. Crine, *Moisture profiles determination during convective drying using X-ray microtomography*. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 2005. 83(1): 127-131.

Cinquième chapitre : Discussion générale, conclusions et perspectives

I. Synthèse et discussion générale

D'un point de vue scientifique, le but de cette thèse est d'identifier comment les facteurs de contrôle liés au procédé (paramètres de dimensionnement et de fonctionnement) ou aux caractéristiques des boues (propriétés physico-chimiques et structurales notamment impactées par les procédés appliqués aux boues avant déshydratation) impactent les performances de déshydratation. D'un point de vue opérationnel, les résultats doivent permettre d'expliquer la variabilité des performances observées sur le terrain et d'identifier des voies d'optimisations transposables à l'échelle du procédé industriel de déshydratation ou des procédés appliqués aux boues en amont sur la filière de traitement des boues.

En premier lieu, le présent chapitre rappellera et discutera les principaux résultats de ce travail de thèse en termes de compréhension des facteurs de contrôle des performances des unités de déshydratation des boues par filtre-presse. En second lieu, des voies d'optimisation pour ces dernières seront identifiées au vu des résultats de ce travail.

1. Facteurs de contrôles liés au procédé : Principaux résultats et limites du travail proposé

Comme le montre la Figure 93, la pression de filtration est de loin le paramètre dont l'impact est le plus étudié dans la littérature scientifique.

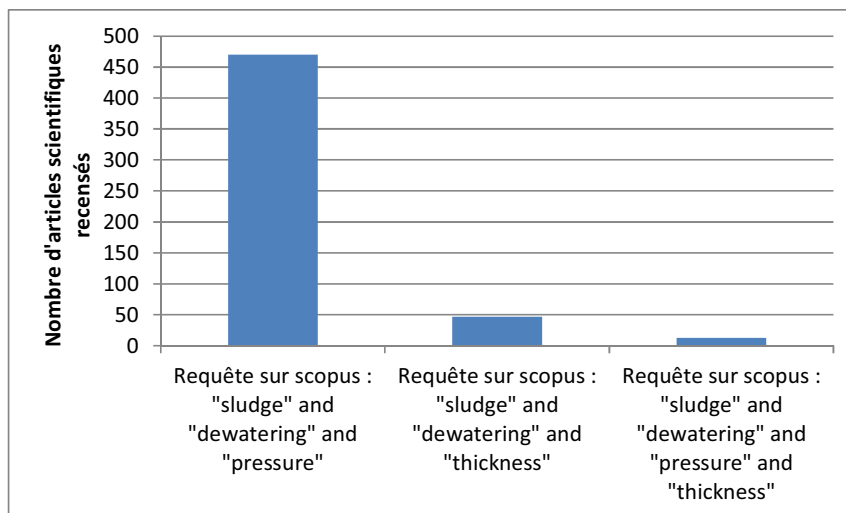


Figure 93: Nombre de publication recensées par le moteur de recherche "scopus" traitant de l'impact de la pression et de l'épaisseur sur la déshydratation des boues.

Pourtant, les travaux présentés dans ce mémoire (chapitre 2) permettent de mettre en évidence que l'épaisseur de gâteau est le paramètre le plus sensible lors de la filtration tangentielle des boues. Dans les gammes proches des conditions industrielles, la siccité du gâteau est une

fonction affine de l'épaisseur (Figure 94), tandis que c'est une fonction logarithmique de la pression (Figure 95). Ainsi, pour un gâteau de 35mm déshydraté à une pression de 8 bars, la siccité est de 19.9%. Si la pression est augmentée de 20% (9.6 bars), un gain de 0,7 point de siccité est observé ; Si la siccité est diminuée de 20 % (28mm), un gain de 2,17 points de siccité est observé.

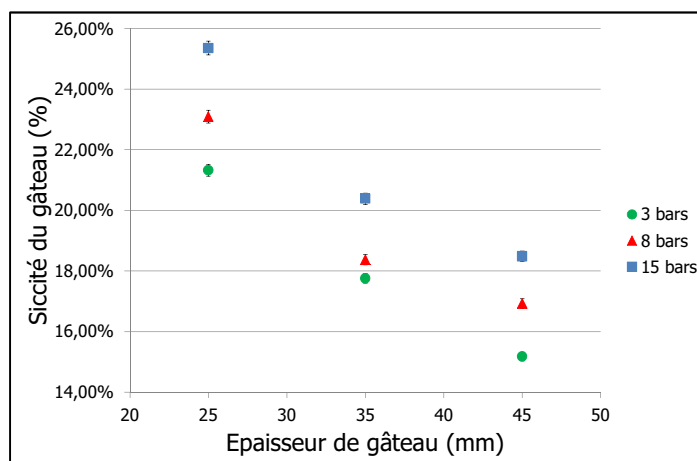


Figure 94 : Siccité du gâteau en fonction de son épaisseur

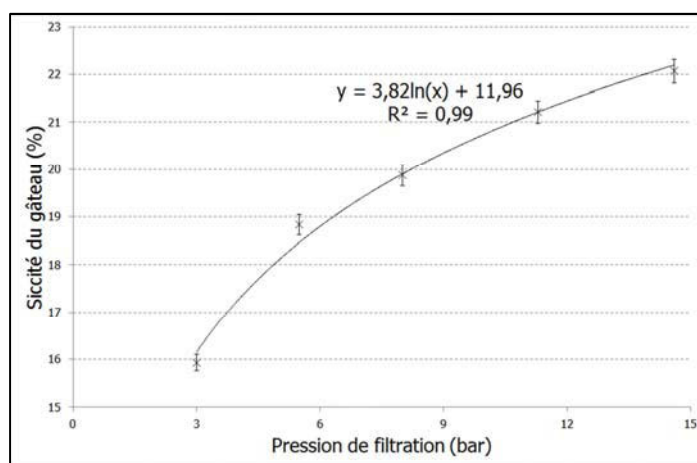


Figure 95 : Siccité du gâteau en fonction de la pression de filtration

D'autre part, comme l'a montré l'analyse des résultats expérimentaux présentés dans le chapitre 2, les effets de la pression et de l'épaisseur peuvent être considérés comme indépendants dans les gammes d'épaisseur et de pression étudiées.

Comme l'a montré le travail de modélisation effectué dans le chapitre 4, l'impact de la pression sur les processus de déshydratation mécanique peut être simulé en prenant en compte :

- L'impact de la compressibilité de la boue, liée aux effets osmotiques, sur les écoulements de filtrats au sein du gâteau via par une loi de Ruth modifiée (RSF variable en fonction de la siccité du gâteau)
- L'impact des effets osmotiques induits par la matrice d'EPS (le comportement des floes de boue est apparenté à celui d'un gel) sur le déplacement des particules solides au cours de la déshydratation. Ces effets osmotiques peuvent être simulés par une loi expérimentale (loi de Fick appliquée aux particules solides).

En se basant uniquement sur ces hypothèses, et en ajustant les paramètres de calage sur des données expérimentales obtenues pour une pression donnée (8 bar), il est possible de simuler les effets de la pression sur la siccité du gâteau pour une gamme allant de 3 à 15 bars grâce à un modèle numérique développé (Figure 96).

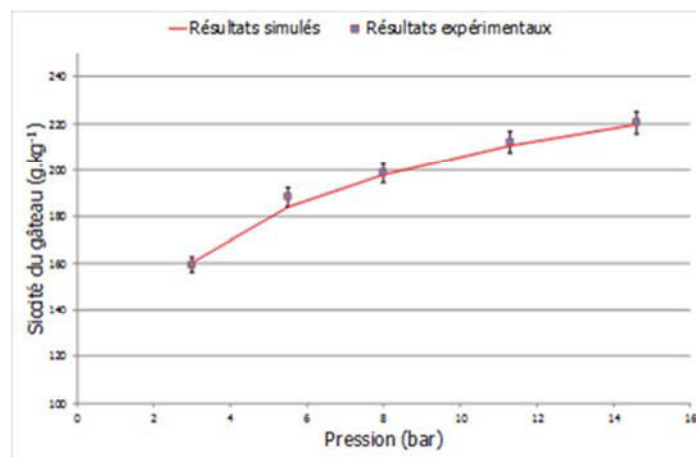


Figure 96 : Comparaison entre l'influence de la pression de filtration mesurée expérimentalement et simulée par le modèle développé (chapitre 4, IV, 6)

Cependant, comme le montre la Figure 97, l'impact de l'épaisseur du gâteau ne peut pas être simulé avec ces seules hypothèses. Etant donné que les résultats du chapitre 2 ont montré qu'il n'existe pas d'interactions entre les impacts de la pression et l'épaisseur, d'autres phénomènes indépendants de la pression de filtration interviennent dans l'impact de ce paramètre et devraient être pris en compte.

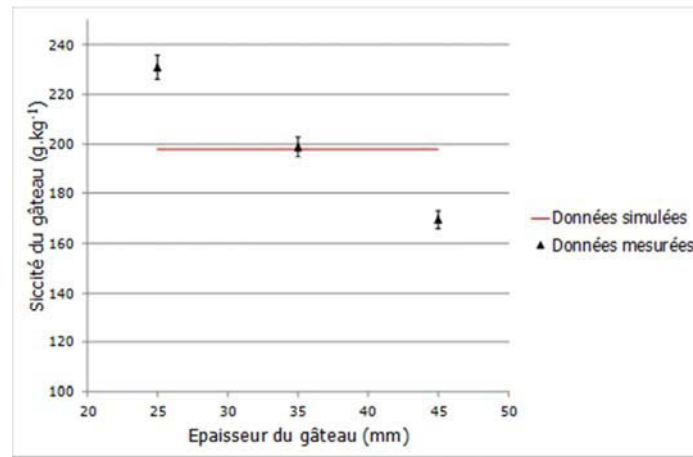


Figure 97 : Comparaison entre l'influence de l'épaisseur mesurée expérimentalement et simulée par le modèle développé (chapitre 4, IV, 6)

Ce défaut de simulation peut s'expliquer par le fait que le modèle considère une seule catégorie de particules solides qui se rapproche des toiles uniquement sous l'effet de la déshydratation des couches de boues situées entre elle et la toile. Ainsi, la présence de particules fines capables de migrer au sein du gâteau n'est donc pas prise en compte bien que ce processus ait déjà été mis en évidence par San [1]. Or, du fait de ce dernier, une augmentation de l'épaisseur de gâteau implique l'augmentation du volume de boue introduit et par conséquent une augmentation de la quantité de fines capables de migrer par unité de surface de toile. Ces fines ne sont cependant pas capables de traverser la toile filtrante, et peuvent s'accumuler dans les couches de gâteau à proximité des toiles filtrantes. Ceci peut avoir pour conséquence une augmentation de la résistance à la filtration des couches de gâteau à proximité des toiles induisant une diminution de la siccité finale du gâteau. Cependant cette hypothèse reste à vérifier.

Le modèle ne permet pas non plus de simuler les effets négatifs (baisse de la siccité finale du gâteau) d'une application de la pression par palier successifs de 1 bar sur la siccité finale du gâteau obtenu en comparaison d'une application progressive continue de cette dernière. Ce résultat, couplé à une diminution visuelle du taux de capture à chaque augmentation de pression, tend à confirmer l'hypothèse formulée précédemment : les coups de béliers provoqués par l'application brutale de la pression vont favoriser la production de fines par érosion des floes du fait des augmentations brutales de la vitesse du filtrat au sein du gâteau à chaque augmentation de pression par palier.

Une autre question qui peut être posée est liée à l'impact de l'échelle expérimentale choisie sur les résultats obtenus. En effet, les essais sont effectués dans une unique cellule de 10cm de

diamètre. Or, industriellement, les filtres peuvent comporter jusque 150 plateaux carrés de deux mètres de côtés. La question du changement d'échelle est donc légitime afin de déterminer si l'échelle de la cellule de laboratoire est suffisante pour être représentative.

Afin d'apprécier l'impact que peut avoir l'effet d'échelle, une cartographie de la siccité de la boue déshydratée au sein d'un filtre-presse a été réalisée. Ces premiers essais ont été conduits sur un filtre-presse pilote de 8 chambres de 50 cm de côté. Le remplissage des chambres s'effectue dans un angle, en 30 minutes via une pompe volumétrique, la pression passe alors de 0 à 8 bars. La pression est ensuite maintenue 30 minutes par l'action de la pompe au ralenti enfin, la phase de compaction est réalisée via le gonflage de membranes à 15 bars. Ces essais permettent d'identifier si les performances de déshydratation sont identiques au sein des différentes chambres de filtration et à l'intérieur de chaque gâteau. L'évolution de la siccité moyenne de chaque gâteau en fonction de sa position dans le filtre est exposée sur la Figure 98:

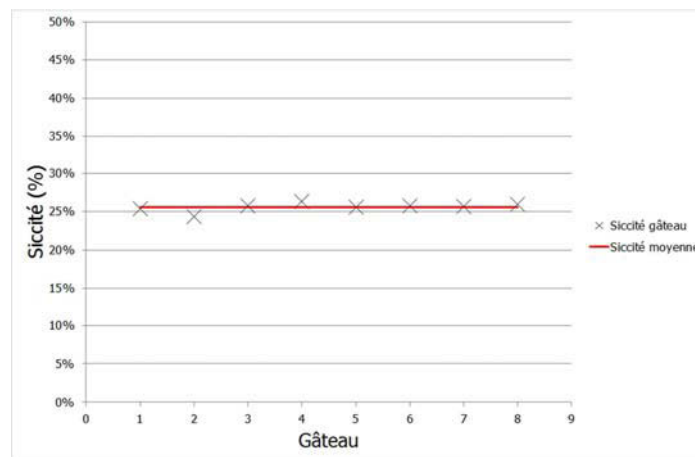


Figure 98 : Siccité dans les différentes chambres du filtre-presse pilote

Le coefficient de variation de la siccité des différents plateaux est de 2,2% : les siccités sont comprises entre 23,4% et 25,9%. La position du gâteau dans le filtre-presse ne semble pas influencer significativement la siccité des gâteaux même si une étude sur un filtre-presse plus important permettrait de valider ce résultat.

Par contre, la siccité au sein d'un même gâteau est plus variable : pour des gâteaux découpés en 9 zones égales la siccité varie entre 16,0% et 28,4%, avec une zone nettement moins bien déshydratée au centre du gâteau. Ces variations de siccités peuvent être liées à la variation d'épaisseur de gâteau, comme démontré chapitre 2. Ces différences d'épaisseurs (de environ 15mm sur les extrémités à 35mm au centre) peuvent être liées à un remplissage hétérogène au sein de la chambre de filtration et à des variations de siccité au sein du gâteau avant l'étape de

compactage induisant des variations de la charge de matière sèche appliquée par unité de surface de toile.

2. Facteurs de contrôle liés aux caractéristiques des boues

La digestion anaérobie étant un des procédés impactant le plus les caractéristiques des boues à déshydrater, dans le cadre de cette thèse, il a été choisi de se focaliser sur son impact sur les performances de déshydratation. La Figure 99 présente les principaux résultats obtenus. L'originalité du travail effectué réside essentiellement :

- Dans le fait que l'impact de la digestion a été analysé en fonction du temps de séjour hydraulique appliqué dans le digesteur.
- Dans le fait que cet impact a été étudié au travers d'expérimentations de déshydratation représentatives des procédés industriels et pas uniquement au travers de la détermination d'indicateurs comme le temps de succion capillaire dont la transposabilité pose question.

Les mêmes tendances ont été observées pour des boues secondaires, des boues primaires et des boues mixtes.

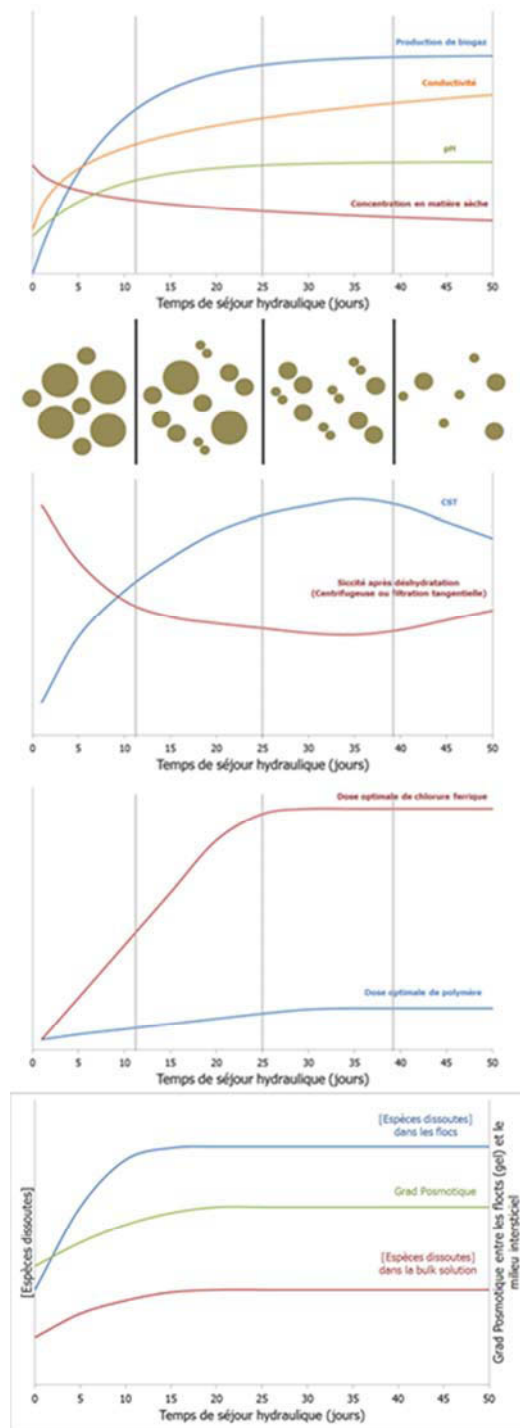


Figure 99 : Impact de la digestion anaérobie en réacteur batch : synthèse des résultats du chapitre 3

Lors de la digestion anaérobie des boues, la production de biogaz est inversement proportionnel à la quantité de matière sèche, tandis que le pH augmente jusqu'à atteindre un palier. Ces résultats témoignent du bon déroulement des essais expérimentaux de digestion.

Le temps de séjour hydraulique impacte la déshydratabilité des boues en filtre-pressé : de 0 à 10 jours, une forte diminution de la déshydratabilité des boues est observée. De 10 à 35 jours, la déshydratabilité continue de décroître jusqu'à un temps de séjour critique dont la valeur

dépend de la boue étudiée (entre 10 et 30 jour), mais cette décroissance est plus modérée. La déshydratabilité minimale est obtenue pour une digestion anaérobie mise en œuvre avec ce temps de séjour critique. Un regain modéré ou une stabilisation de la déshydratabilité est observé au-delà, sans pour autant revenir aux siccités obtenues avant digestion. Ces résultats sont également été observés en centrifugeuse et sur des mesures de CST.

Lors de la digestion, la fraction biodégradable de la matière organique complexe constituant les floes de boues est hydrolysée avant d'être convertie en biogaz par digestion anaérobie. Ces processus de dégradation induisent des modifications des propriétés des boues impactant leur déshydratabilité. On peut ainsi faire l'hypothèse que la matrice d'EPS subit les modifications de structure et de composition suivantes:

- La biodégradation des macromolécules présentes dans les floes de boue va induire une augmentation de la salinité au sein du gel que constitue la matrice d'EPS. Les sels dissous produits vont ensuite diffuser vers le milieu interstitiel augmentant également sa salinité, ce qui conduit à une augmentation de la conductivité des boues. Cependant, la salinité du milieu interstitiel reste plus modérée qu'au sein de la matrice d'EPS du fait de l'effet limitant des processus de diffusion au sein des floes. Ces phénomènes, qui prennent une importance croissante pour des HRT entre 0 et 30 jours modifient les équilibres osmotiques entre le gel constituant les floes et le milieu interstitiel et peuvent conduire à une réduction de la déshydratabilité des boues quand le TSH du digesteur augmente sur cet intervalle. Pour des TSH au-delà de 30 jours, un nouvel équilibre semble atteint, la conductivité des boues est quasiment stabilisée et une augmentation du TSH du digesteur n'entraîne pas de modification significative du gradient de pression osmotique entre les floes et le milieu interstitiel.
- La composition de la matrice d'EPS va changer. En effet, comme montré par Ye et al. (2014) les protéines, hydrophobes, sont plus rapidement biodégradables que les polysaccharides (hydrophiles). La matrice d'EPS des floes est donc ainsi plus hydrophile quand le TSH augmente entre 0 et 15 jours, il est donc plus difficile d'en extraire l'eau. Au-delà de 15 jours, les polysaccharides, commencent à être dégradés, diminuant le caractère hydrophile de la boue. ce phénomène peut être responsable de l'augmentation modérée de déshydratabilité observée pour une augmentation du TSH quand on se situe au-delà d'une valeur critique pour ce paramètre.

A ce stade, ces hypothèses restent à confirmer. Ceci pourrait être fait par exemple en couplant un suivi de la déshydratabilité des boues au cours d'essais de digestion anaérobie en batch

avec un suivi poussé de la composition de la matrice d'EPS et des équilibres osmotiques. Cependant pour ces deux aspects les techniques actuelles restent limitées. Concernant la mesure des équilibres osmotiques au sein de la boue, aucune méthode n'a jusqu'à présent été développée. Concernant la caractérisation de la matrice d'EPS, il existe de nombreuses méthodes d'extraction qui ont des rendements différents en fonction du type de boue (Sheng et al, [2]). Il est donc souvent difficile de faire un suivi sur la composition de cette matrice en s'affranchissant de l'impact des modifications des propriétés des boues sur le rendement de la méthode d'extraction choisie.

Les doses optimales de polymère et de chlorure ferrique augmentent également avec l'augmentation du TSH jusqu'à une valeur critique d'environ 30 jours de digestion, et se stabilisent après. Un nouvel équilibre est donc atteint à cet instant. Cet impact négatif de la digestion anaérobie est essentiellement lié à l'augmentation de la concentration en ions négatifs au sein du milieu interstitiel qui diminue la proportion d'agents de conditionnement réellement disponible pour la coagulation et la floculation.

Ces essais sont réalisés en batch, il est donc légitime de se demander si cette étude est transposable aux digesteurs industriels (CSTR), dans lesquels l'agitation n'est pas la même et les temps de séjours hydrauliques correspondent à des durées moyennes. Des prélèvements sur des sites réels équipés de digesteurs de type CSTR ont donc été réalisés pour confirmer les conclusions de l'étude faite en batch.

La Figure 100 présente des analyses (dose optimales de chlorure ferrique et polymère et siccité du gâteau déshydraté en cellule de filtration tangentielle) réalisées sur des boues en entrée et en sortie de CSTR, avec le même protocole que celui présenté au chapitre 3. Les tendances observées sont les mêmes que celles obtenues dans des réacteurs batch, les doses optimales d'agent de conditionnement augmentent du fait de la digestion. Les siccités de gâteau obtenues sur les boues digérées sont soit inférieure soit statistiquement identiques à celles observées sur les boues brutes. On peut donc considérer que les résultats obtenus en réacteurs batch dans le cadre de cette étude sont transposables aux CSTR.

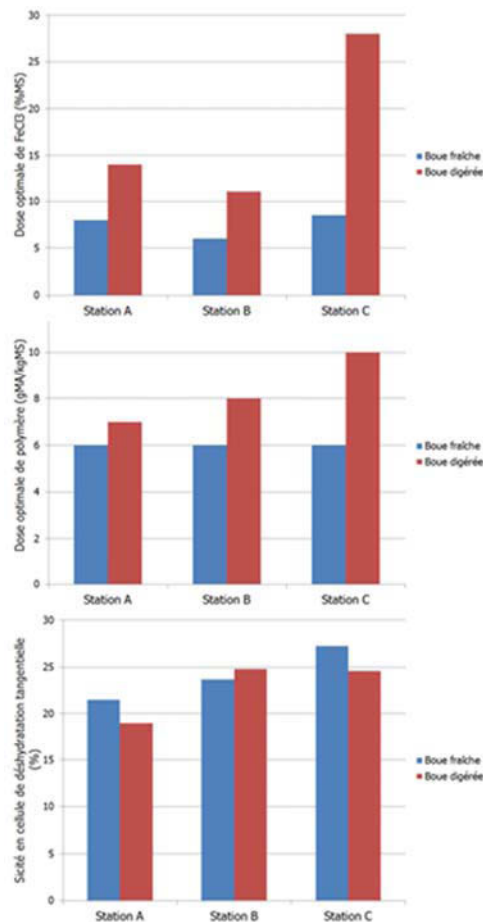


Figure 100 : Impact de la digestion anaérobie en CSTR sur la déshydratabilité des boues et les doses de conditionnement.

Cette étude a permis de mettre en évidence que la digestion anaérobie a un impact sur la structure des boues et sur les équilibres osmotiques, sans pour autant que les hypothèses formulées puissent toutes être vérifiées. Pour aller plus loin, les travaux suivants pourraient être envisagés :

- Il serait intéressant de suivre l'évolution de la composition de la matrice d'EPS et de son caractère hydrophile au cours de la digestion anaérobie. Cependant, ce suivi reste compliqué à mettre en œuvre à l'heure actuelle : il n'existe pas de méthode consensuelle d'extraction des EPS. De plus, l'efficacité des méthodes proposées dépend du type de boue. Dans ces conditions, il est difficile d'étudier l'impact de la digestion anaérobie des boues, sans considérer les effets de la méthode d'extraction retenue.
- Il n'est pour l'instant pas possible d'accéder aux équilibres osmotiques directement, en effet aucune méthode ne permet de déterminer les concentrations locales de chaque espèce en présence au sein du floc et du milieu interstitiel. Le couplage d'essais

électriques avec des essais de déshydratation pourrait peut-être permettre d'observer les changements d'équilibres osmotiques majeurs mais de telles méthodologies expérimentales restent à développer.

- Une étude de l'impact de la digestion sur la distribution granulométrique des floes ainsi que la structure des boues observée au microscope permettrait également de prendre en compte l'influence des problèmes de colmatage et de migrations des fines particules lors de la déshydratation des boues digérées.

Le modèle développé prend en compte les phénomènes impliqués dans la modification de la déshydratabilité des boues lors de la digestion anaérobie (phénomènes osmotiques et résistance spécifique à la filtration). Cependant, ce dernier nécessite un calage spécifique à chaque boue et ne permet pas de prédire l'impact d'un procédé comme la digestion. Pour aller plus loin sur ce point, il serait intéressant d'étudier les relations pouvant exister entre les données de calage et les données mesurables.

Pour terminer sur ce point, l'étude s'est ici focalisée sur l'impact du temps de séjour hydraulique, mais d'autres paramètres de dimensionnement associés à d'autres stratégies d'optimisation existent comme par exemple l'ajout de cosubstrats (Figure 101), la modification du ratio boue primaire/ boue secondaire (Figure 102) ou par exemple des prétraitements. Comme le montrent la Figure 101 et la Figure 102, ces stratégies impactent également significativement les performances de déshydratation, parfois dans une ampleur supérieure au TSH du digesteur, et mériteraient donc d'être investigués :

- Impact de l'ajout de cosubstrats : L'ajout de graisse diminue la siccité du gâteau, cela peut en partie être dû à l'adsorption sur les floes de molécules lipidiques hydrophobes et non biodégradables créant une « capsule » emprisonnant l'eau contenue au sein des floes et limitant ses possibilités d'extraction. La nette augmentation de siccité observée lors de l'ajout de tonte de pelouse s'explique par la création d'un squelette structurant le gâteau, provenant de la cellulose non biodégradable.
- Modification du ratio boue primaire/ boue secondaire : Plus la fraction de boues primaires est importante, plus la siccité du gâteau est élevée. Les boues primaires ayant une biodégradabilité plus importante, le taux d'abattement de leur matière organique est plus élevé. Ainsi, plus le ratio de boues primaires est élevé, plus la proportion de matière organique dans les matières sèches du digestat est faible. Ce qui a tendance à augmenter sa déshydratabilité (Girault et al., 2015).

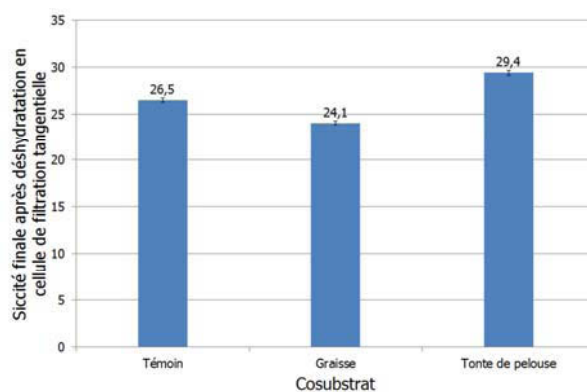


Figure 101 : Impact de l'ajout de cosubstrats sur la déshydratation mécanique des boues digérées

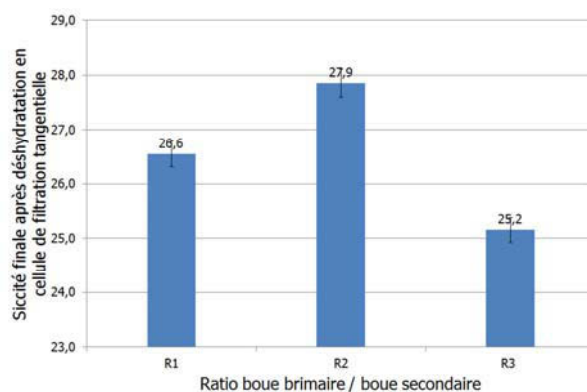


Figure 102 : Impact de modification du ratio boue primaire / boue secondaire sur la déshydratation mécanique des boues digérées (R1 : 46% de boue primaire, R2 : 70% de boue primaire et R3 : 30% de boues primaires)

D'autre part, l'impact de la digestion anaérobie a été ici plus particulièrement étudié, cependant, d'autres procédés sont également susceptibles de modifier les propriétés des boues, comme par exemple le stockage des boues avant leur déshydratation, fréquent sur de petites stations. Ainsi, la Figure 103 présente les effets du stockage d'une boue biologique sur la siccité après déshydratation en cellule de filtration tangentielle. La siccité du gâteau diminue les 30 premiers jours avant de ré-augmenter. Comme pour la digestion (chapitre 3), la diminution de siccité peut être liée à une modification des équilibres osmotiques, tandis que l'augmentation observée au-delà de 30 jours peut être liée à la diminution du caractère hydrophile des boues. L'impact de tels procédés sur la déshydratabilité des boues devrait être investigué plus en détails afin de prendre en compte ce critère dans l'optimisation de la filière boue.

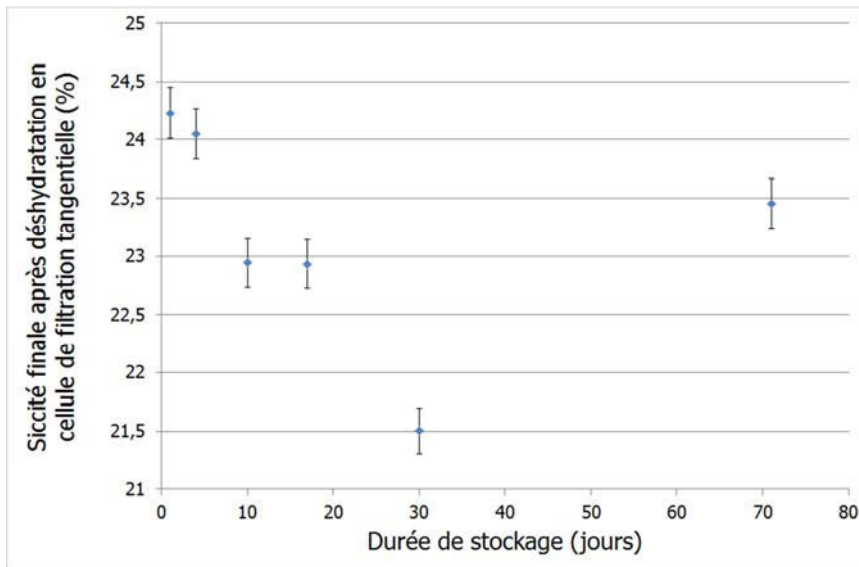


Figure 103 : Impact du stockage sur la déshydratation mécanique des boues

II. Quelles perspectives pour optimiser les performances des filtres-presses ?

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ainsi que les éléments de discussion issus du chapitre précédent permettent d'identifier quelques pistes de recherche pour permettre d'optimiser les performances des filtres-presses.

1. Vers le développement d'outils au service de l'optimisation du procédé industriel

Les boues à déshydrater sont des matériaux de composition et de structure très variables. Les performances de déshydratation vont donc varier sensiblement d'une boue à l'autre. Le développement d'outils permettant d'optimiser le procédé de déshydratation sur chaque boue est donc nécessaire.

a. Des outils expérimentaux au service de l'optimisation des procédés

Différents outils, plus ou moins représentatifs existent :

- La mesure du temps de succion capillaire : elle consiste à mesurer la vitesse d'absorption de l'eau de la boue sur un papier buvard.
- La cellule de filtration compression (CFC) : elle permet d'appliquer à la boue une pression frontale contre une toile filtrante, l'épaisseur du gâteau dépend de la quantité de boue initialement introduite.
- La cellule de filtration tangentielle (CFT) : elle permet d'injecter de la boue sous une pression contrôlée dans une cellule de filtration de taille fixe. Le procédé se rapproche des filtres-presses industriels car il met en œuvre une filtration tangentielle. Seule différence, c'est la pression de la boue injectée qui est contrôlée et non le volume injecté.
- Le filtre-presse pilote : C'est la plus petite taille de filtre-presse utilisé industriellement (environ 8 plateaux).

Le Tableau 17 permet la comparaison des différentes approches existantes.

Tableau 17 : Tableau comparatif des différents procédés pour l'étude de la déshydratation des boues (+ : avantages ; - : désavantages)

	Temps de suction capillaire	Cellule de filtration compression	Cellule de filtration tangentielle	Filtre-presse pilote
Facilité de mise en œuvre	+++ (1 expé/5min.)	+++ (3 expé/4h.)	++ (1expé/4h)	+ (1expé/2j)
Représentativité du processus industriel	-	-	++	+++
Volume d'échantillon nécessaire	+++ (5mL)	+++ (300mL)	++ (8L)	- (600L)
Echantillon représentatif	-	+	+++	+++

Le CST a pour principaux avantages d'être facile à mettre en œuvre et de nécessiter peu de boues. Par contre, les phénomènes physiques ne sont pas du tout les mêmes qu'industriellement, et la faible quantité de boue limite la représentativité statistique de l'échantillon, surtout en travaillant avec des boues flocculées au polymère. La CFC a les mêmes avantages que le CST, et les mêmes inconvénients, au détail près que le volume de boue utilisé est supérieur, permettant de garantir une représentativité de l'échantillon satisfaisante même en travaillant avec des boues conditionnées au polymère. Cependant la filtration y est frontale et est réalisée en batch alors que le procédé industriel met en œuvre une filtration tangentielle avec injection de boue en continu.

La CFT permet de représenter les processus de filtration tangentiels qui sont mis en œuvre au sein du filtre-presse ainsi que le caractère continu du procédé. Les triplicatas y sont cependant quasiment impossibles du fait des contraintes de mise en œuvre.

Le filtre-presse pilote permet de reproduire à l'identique les processus industriels. Même si l'échantillon est parfaitement représentatif, les grands volumes de boues nécessaires (quelques centaines de litres) rendent sa mise en œuvre difficile.

Afin de mieux apprécier les avantages et inconvénients des différents dispositifs, la Figure 104 présente une comparaison des résultats de déshydratation obtenus en cellule de filtration compression et en cellule de filtration tangentielle lors d'un essai de stockage des boues. La siccité en CFC augmente avec le temps de stockage (de 22 à 22,5%), avec une stabilisation au-delà de 10 jours. En CFT, la siccité diminue (de environ 24% à 21,5%) jusqu'au trentième jour, puis augmente (23,5% à 70 jours).

La principale explication réside dans le fait qu'au cours d'un essai de déshydratation en cellule de filtration compression, les aspects cinétiques ne sont pas pris en compte. De plus, les processus n'étant pas les mêmes, la couche limite observée par Raynaud[3] à proximité de la toile de filtration n'est pas présente sur les gâteaux issus de filtration tangentielle. Afin de confirmer l'absence de couche limite au sein d'un gâteau obtenu en filtration tangentielle, des essais de microtomographie aux rayons X ont été réalisés sur un gâteau produit en CFT. Les résultats sont présentés en Figure 105 et Figure 89 (page 165 de ce mémoire). Plus le niveau de gris est élevé, plus la siccité du gâteau est importante. Aucun dégradé de gris n'est observé à proximité de la toile, ce qui confirme l'absence de couche limite filtration tangentielle.

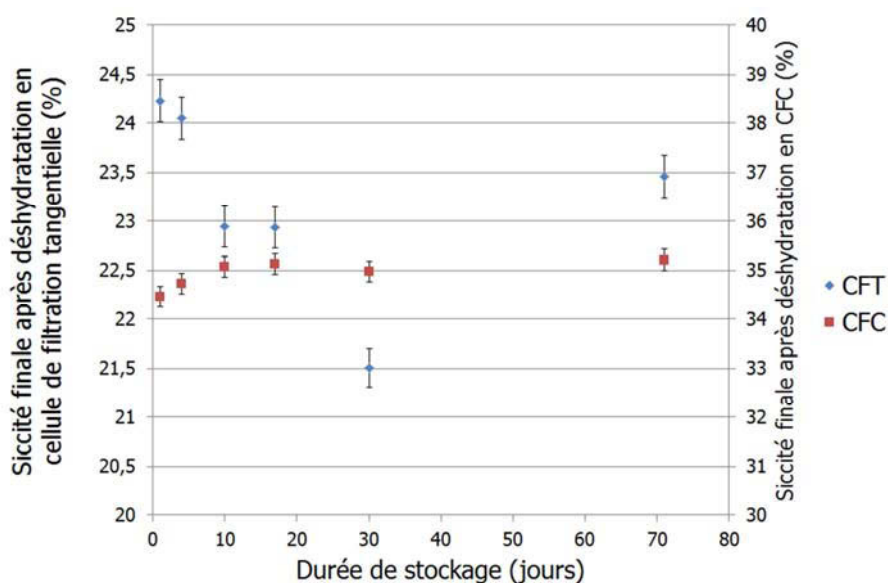


Figure 104 : Comparaison des résultats obtenus en CFC et CFT lors d'une expérimentation de stockage.

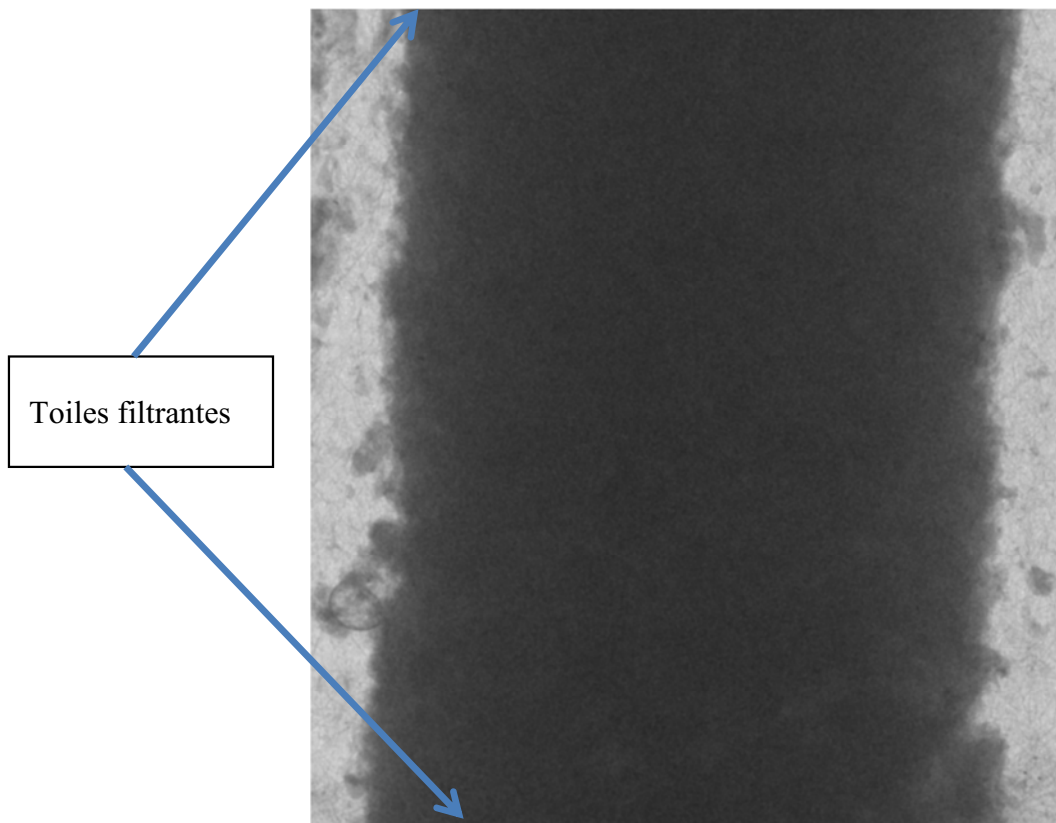


Figure 105: Image transversale d'une carotte de gâteau de cellule de filtration tangentielle obtenue par microtomographie, en suivant le protocole présenté par Léonard [4]

La cellule de filtration tangentielle semble donc le meilleur compromis, autant en termes de facilité de mise en œuvre que d'adéquation avec les processus industriels. Pour se rapprocher davantage du procédé industriel, l'injection de boue de la cellule de déshydratation tangentielle pourrait être modifiée par une injection volumétrique afin d'éviter les écoulements préférentiels de l'eau libre du réservoir de boue vers la cellule de filtration. Toutefois, les essais en CFT restent chronophages, et seuls deux essais par jour peuvent être réalisés au maximum en mobilisant une personne et une cellule. Ceci limite les possibilités d'expérimentations dans un contexte de recherche ou de développement. Le couplage de telles expérimentations à un modèle numérique pourrait palier à ce problème en permettant, via l'expérimentation numérique, de tester de nombreuses configurations en très peu de temps une fois le modèle mis au point.

b. Des outils numériques permettant de prédire les performances des procédés de déshydratation

Un modèle numérique permet de décupler les possibilités d'expérimentation. Un modèle en deux dimensions peut être utilisé pour mieux comprendre les processus. En effet, un modèle en deux dimensions est d'une part plus simple à implémenter et a d'autre part des temps de calculs réduits, ce qui permet de nombreuses simulations. Un modèle en 3 dimensions, plus complexe, peut permettre d'approcher au mieux les résultats expérimentaux. Si le modèle numérique est suffisamment abouti, il peut permettre la prédiction des performances et être utilisé pour contrôler un procédé par mise en évidence de rétroactions nécessaires pour atteindre un objectif de performances fixé.

De telles approches sont actuellement encore à un stade de recherche et ne sont pas assez matures pour être utilisées à des fins de développement industriel. Cependant, le modèle développé ici permet déjà de prédire l'impact de la pression sur les performances de déshydratation : avec une expérimentation à 8 bar (durée 0,5j) et une étape de calibration, on peut prédire l'impact de la pression entre 3 et 15 bar (l'équivalent de 1 semaine de travaux expérimentaux). Ces travaux démontrent le potentiel des modèles numériques appliqués à cette problématique. Cependant, pour les rendre utilisables dans le cadre d'une optimisation industrielle, il est nécessaire de développer des méthodes simples et rapides permettant d'estimer les données de calibration nécessaires. Pour ce faire, le développement d'indicateurs permettant de prédire les données caractéristiques du modèle peut représenter une perspective intéressante.

c. Des indicateurs pour apprécier de manière indirecte la déshydratabilité des boues

Les indicateurs doivent intégrer les processus limitant de la déshydratation mécanique des boues (RSF et effets osmotiques) et doivent être transposables sur le terrain. Des indicateurs pourraient se baser sur l'évolution des propriétés électriques et de la déshydratabilité des boues. La Figure 106 présente l'évolution de la conductivité des boues en parallèle de leur déshydratabilité au cours d'un essai de digestion tel que présenté dans le chapitre 3. Sur le schéma de gauche on remarque que les arcs de cercle se rapprochent de l'origine du repère, ce qui coïncide avec une augmentation de la conductivité (diminution de l'impédance). Ces observations peuvent être rapprochées de la décroissance de la courbe de droite (déshydratabilité), mais ne permettent pas d'expliquer l'augmentation qui suit.

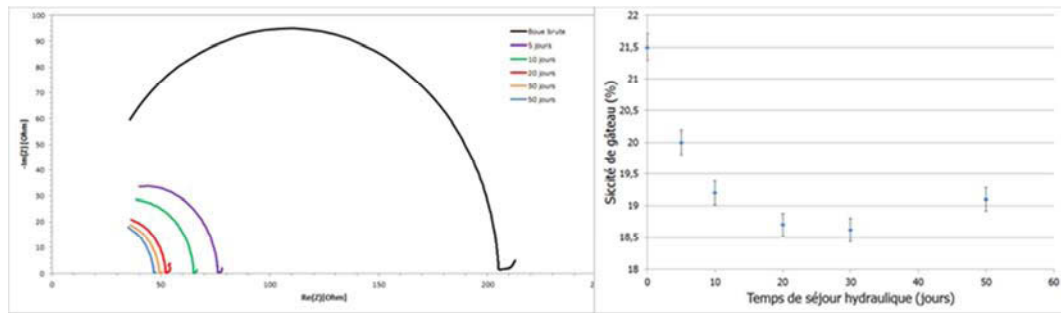


Figure 106 : Comparaison des mesures de conductivité aux résultats de déshydratation en cellule de filtration tangentielle pour la boue A.

D'autres mesures pourraient ainsi être couplées aux mesures électriques afin d'accéder à un indicateur prenant en compte les états de l'eau contenue dans la boue (eau libre, eau liée...). Il a été montré sur de la laponite que des mesures infrarouge peuvent permettre d'accéder à de telles caractéristiques [5]. De telles mesures pourraient donc être testées à cet effet sur les boues. Afin de simplifier le calage des modèles, il pourrait être intéressant de se servir des indicateurs pour déterminer les paramètres de calage.

2. Vers une optimisation du procédé industriel

A l'heure actuelle, l'optimisation industrielle se fait en jouant sur la pression ou son mode d'application qui, comme démontré précédemment, n'a que peu d'impact sur les performances du procédé en terme de siccité. Une modification d'épaisseur de gâteau peut également exister lors du dimensionnement du dispositif de filtration, basé sur des indicateurs de déshydratabilité de la boue pris en amont. Ces variations d'épaisseur sont cependant sur de faibles gammes (entre 25 et 45mm), et n'entraînent donc que de faibles gains de siccité.

Une diminution trop importante de l'épaisseur des chambres de filtration est difficile à envisager en maintenant les capacités de traitement. Une autre solution pour jouer significativement sur l'épaisseur du gâteau, serait de modifier la structure des chambres de filtration en y insérant des dispositifs de drainage. A ce titre, la Figure 107 présente différentes structures de chambres de filtration qui permettraient de réduire significativement l'épaisseur de filtration et ainsi d'augmenter potentiellement sensiblement la siccité après déshydratation.

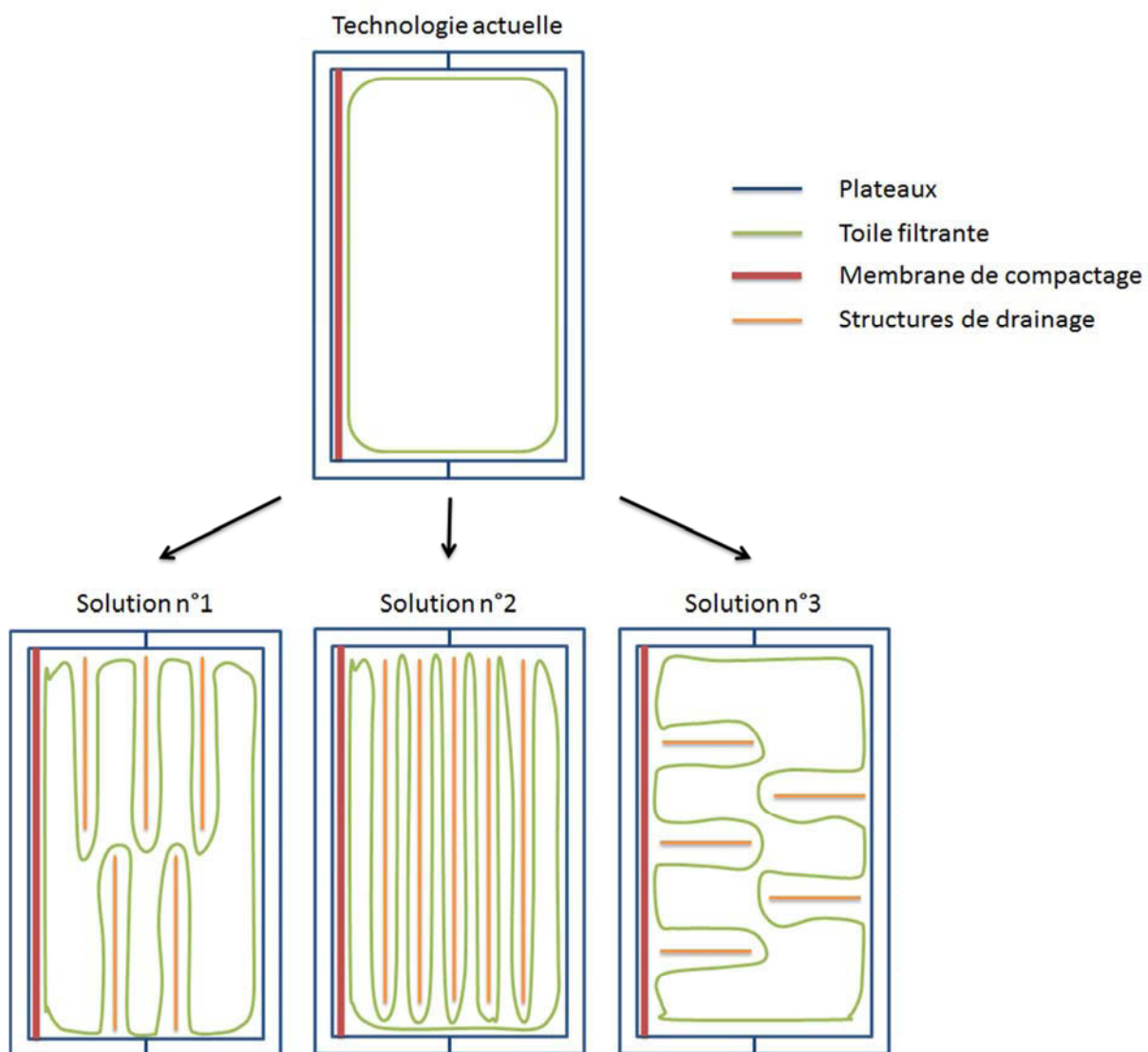


Figure 107 Présentation de trois structures de toiles permettant de diminuer significativement l'épaisseur de gâteau

Cependant, la faisabilité de l'implantation de tels dispositifs reste à évaluer afin notamment de permettre un débâtissage aisé des gâteaux formés.

De même, les procédés de traitement des boues en amont de la déshydratation peuvent impacter la déshydratabilité des boues. Des procédés classiques, comme la digestion anaérobie n'entraînent que de faibles variations de performances (pouvant toutefois être significatives pour les industriels pour qui quelques points de siccité peuvent séparer une boue tenant en tas d'une boue fluant). Il serait intéressant de travailler au développement de procédés de traitement biologiques ou physiques permettant de diminuer les effets limitants de la pression osmotique en diminuant le gradient de concentration entre les floes et le milieu interstitiel, tout en maintenant la structure de la boue afin d'éviter le colmatage.

Cependant, les performances des procédés de déshydratation mécanique et les solutions d'optimisation mises en œuvre doivent être analysées au regard de l'ensemble des enjeux de la filière qui sont d'ordre environnemental, énergétique et économique. Pour ce faire, il serait intéressant de développer des outils d'aide à la décision prenant en compte tous les aspects cités précédemment afin de permettre une optimisation à l'échelle de la filière et pas seulement à l'échelle du poste de déshydratation.

III. Références bibliographiques

1. Şan, O. and C. Özgür. *The effect of fine particle migration during ceramic particles compaction by pressure casting. in Proceedings of the 3rd International Powder Metallurgy Conference. 2002.*
2. Sheng, G.-P., H.-Q. Yu, and X.-Y. Li, *Extracellular polymeric substances (EPS) of microbial aggregates in biological wastewater treatment systems: a review. Biotechnology Advances, 2010. 28(6): 882-894.*
3. Raynaud, M., *COUPLAGE DE CARACTERISATION MECANIQUE ET PHYSICO-CHIMIQUE EN VUE D'ANALYSER LES LIMITES DE LA DESHYDRATATION DES BOUES RESIDUAIRES URBAINES. 2010.*
4. Léonard, A., S. Blacher, P. Marchot, J.P. Pirard, and M. Crine, *Moisture profiles determination during convective drying using X-ray microtomography. Canadian Journal of Chemical Engineering, 2005. 83(1): 127-131.*
5. Mas, S., R. Bendoula, G. Agoda-Tandjawa, A. de Juan, and J. Roger, *Study of time-dependent structural changes of laponite colloidal system by means of near-infrared spectroscopy and hybrid hard-and soft-modelling multivariate curve resolution-alternating least squares. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 2015. 142: 285-292.*

Title: Control factors of the efficiency of mechanical dewatering of sewage sludge in press-filters.

Abstract

As more and more sewage sludge are generated, understanding and optimization of mechanical dewatering processes is crucial. Their performances affect both plant management and its environmental and economic impacts. Indeed, dryness of dewatered sludge strongly impacts processes for agronomic and energetic recovery (composting, direct agricultural recycling, incineration ...) and their direct and indirect environmental impacts (volumes to transport...). In addition, the filtrates have to be treated by the wastewater treatment plant, and their composition significantly affects its operating.

Filter presses are one of the most common mechanical dewatering processes operated for sludge treatment in wastewater treatment plant. Their performance depends on their operating parameters and sludge properties. However, current knowledge is insufficient (1) to explain why some sludges are easier or harder to dewater than others, and (2) to link these phenomena to processes that carry out during the mechanical dewatering. Hence, dewatering works like a black box from which it is difficult to predict the efficiency of a dewatering tool performed with a particular sludge and to anticipate operating problems. In this context, the objective of this thesis was to understand which factors drive the efficiency of mechanical dewatering of sewage sludge in the filter press and how they impact the process.

First, the impact of operating parameters of filter presses on their efficiency was investigated in cross-flow filtration cell (lab-scale cross-flow filtration cell reproducing processes that occur in an industrial filter press). This work allowed the classification of the operating parameters according to their impact on the dewatering performances. This study highlighted that the most sensitive parameter is the cake thickness followed by pressure. The impact of these parameters is partially linked with their influence on the pressure gradient even if it should be considered in 3D to explain the results.

Secondly, the study of the impact of sludge properties on dewatering performances was carried out. In this thesis, this work focuses on the impact of one of the processes which modifies most significantly sludge properties: anaerobic digestion. The objective of this work was to identify how hydraulic retention time (HRT) in the digester affects physicochemical properties of sludge and dewatering performance. Results demonstrated that when the HRT increases from 0 to a critical HRT ($HRT_{critical}$), sludge dewaterability decreases. Beyond this $HRT_{critical}$, it increases without reaching cake dryness of the raw sludge. These phenomena could be linked to a change in osmotic balance between the flocs and the bulk solution, combined with a modification of the soluble exopolymer matrix of flocs.

Finally, a numerical model, allowing the simulation of sludge dewatering was implemented with COMSOL multiphysics®. Equation system takes into account the main factors that affect performances previously identified. After parameter calibration on a single dewatering experiment at 8 bars, the model allows the prediction of cake dryness for any pressure between 3 and 15 bars.

Keywords: Dewatering, filter press, cross-flow filtration, sludge, anaerobic digestion.