



HAL
open science

Rhéologie des boues résiduaires : rôle de la thixotropie et de la composition sur les propriétés liquides et solides

Oumar Thiene

► **To cite this version:**

Oumar Thiene. Rhéologie des boues résiduaires : rôle de la thixotropie et de la composition sur les propriétés liquides et solides. Génie des procédés. Université Clermont Auvergne [2017-2020], 2018. Français. NNT : 2018CLFAC033 . tel-02015900

HAL Id: tel-02015900

<https://theses.hal.science/tel-02015900>

Submitted on 12 Feb 2019

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

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

THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ CLERMONT AUVERGNE

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES POUR L'INGENIEUR

Présentée par

Oumar THIENE

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

Spécialité :

Génie des procédés

Soutenue publiquement le 30/11/2018

Rhéologie des boues résiduaire : Rôle de la thixotropie et de la composition sur les propriétés
liquides et solides

Devant le jury composé de :

M. Xavier Château

M. Albert Magnin

M. Jean-Christophe Baudez

Mme Emilie Dieudé-Fauvel

Mme Julie Goyon

M. Sofiane Amziane

Rapporteur

Rapporteur

Directeur de thèse

Encadrante

Examinatrice

Examineur

THÈSE

Présentée à

L'UNIVERSITÉ CLERMONT AUVERGNE

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES POUR L'INGENIEUR

par

Oumar THIENE

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

Spécialité :

Génie des procédés

Soutenue publiquement le 30/11/2018

Rhéologie des boues résiduaire : Rôle de la thixotropie et de la composition sur les propriétés
liquides et solides



A ma grand-mère,
Maimouna Bocar Malick Lah.

Il m'est arrivé de douter de tout,
sauf de ton amour inconditionnel pour moi.

Tu es partie vers d'autres cieux.

Pourtant quand je ferme les yeux,
je me sens toujours près de ton cœur,
ivre d'amour et de bonheur.

Ton « béni paisible » depuis la terre.

Grand-mère, je te chanterai dans ma ~~douleur~~^{douleur},
Dans ma nuit et dans ma fureur,
Pour nourrir et jaillir mon enchantement
Et me priver ou me désarmer de mon désenchantement.
Je te chanterai dans le silence matinal,
Dans la douceur du souffle vespéral,
Dans le longuement de mes ~~peu~~ peimble pensées,
A chaque regard d'une embarrante pensée*
Je chanterai ma gloire perdue dans l'éternel,
Celle vintone comparable à l'amour maternel.

« La distinction entre le présent, le passé et le futur n'est qu'une illusion, quoique persistante »

Albert Einstein

Remerciements

Quelle richesse d'être avec des Hommes de bonne volonté. Il y a tellement de bonnes choses à dire.

Je remercie très chaleureusement Jean-Christophe Baudez qui a dirigé ces travaux et qui a été bienveillant à mon égard. Je suis très reconnaissant à Emilie Dieudé-Fauvel d'avoir suivi ce travail de très près et d'avoir su me remonter le moral dans les phases difficiles.

Mes remerciements vont à Xavier Chateau et Albert Magnien pour avoir accepté de rapporter ce travail et à Julie Goyon et Sofiane Amziane pour avoir voulu faire partie du jury.

J'exprime toute ma reconnaissance à tous mes collègues d'Irstea Montoldre. Ce fut une joie immense de partager le quotidien avec eux. J'ai appris énormément de choses avec eux. Parmi eux, je voudrais remercier :

Johann Clément pour son assistance au laboratoire, son savoir-faire culinaire inégalable et son enseignement allant de la terre à l'agroforesterie.

Jean-Claude Mégnien pour son aide au laboratoire, son humour et surtout pour d'innombrables services qu'il m'a rendus. Merci mon frère (adoptif) !

Zouhour Hadj-Abdallah pour le travail fourni pendant ses 6 mois de stage avec moi et pour sa bonne humeur.

Guy Brenon pour tous les services rendus, de la confection des outils de mesure à la réparation de mon vélo.

Daniel Boffety pour les enseignements sur les fermes et pour ses dons de plantes.

Daniel Cao pour sa collaboration et son enthousiasme. Merci beauté intersidérale !

El Mehdi Abbou-ou-Cherif et Abdourahamane Mohamed Ali pour les débats « physiques » et souvent très « métaphysiques ».

Thinh Le Tien, Nicolas De Freitas et Rémi Rescoussié (et non Couscoussier !) d'avoir accepté de me transporter quasiment tous les jours.

Franck Stocchero pour les passions partagées du sport et ses bonnes pâtes fraîches maison.

Marilys Pradel pour ses conseils qui ont été très utiles lors de la rédaction de ce mémoire.

Géraldine André pour sa disponibilité pour résoudre des problèmes informatiques quotidiens.

Les « ambianceurs » lors des repas de midi à Gayette, Jean-Philippe Petit, Bruno Desnoyer, Clément Ramilien et Jacky Mazoyer. Je n'ai jamais été autant impatient d'être à table.

Eveline Bonamy et Irène Mingot pour les paperasses administratives.

Beaucoup plus loin toujours et n'importe où, beaucoup plus tard, au coin d'un bois, dans la forêt de la mémoire, mes pensées vont à mes père et mère, mes frères et sœurs ainsi qu'à mes nièces et neveux. Je ne sais que penser à eux puisque je ne saurai jamais les remercier comme il se doit.

Paix aux Hommes de bonne volonté !

Résumé

Alors que la quantité de boues résiduaire produites à l'échelle mondiale ne cesse d'augmenter, la gestion de ces boues est désormais devenue un enjeu sociétal majeur. Dans le cadre d'une politique de développement durable, son efficacité passe nécessairement par la réduction des volumes produits (via l'optimisation des procédés de traitement) et par une meilleure valorisation. Pour cela, les procédés ainsi que les outils mis en œuvre pour traiter puis valoriser le matériau doivent être de plus en plus performants. Les traitements étant essentiellement basés sur des écoulements, cette performance accrue nécessite la mesure et la maîtrise des caractéristiques des boues résiduaire telles que la consistance et les propriétés d'écoulement. Cependant le matériau est complexe et ses propriétés rhéologiques varient selon sa composition. Ainsi, le principal critère utilisé pour déterminer sa consistance, la teneur en matière solide, s'avère limité puisque la boue la plus consistante n'est pas nécessairement celle qui contient le plus de matière solide.

Un état de l'art sur le comportement rhéologique des matériaux non-Newtoniens en général et des boues résiduaire en particulier a montré l'intérêt de s'intéresser au rôle de la matière organique et de la thixotropie dans la variabilité des propriétés rhéologiques du matériau.

Dans cet objectif, une méthodologie expérimentale a d'abord été développée pour s'assurer de l'obtention de résultats fiables. Cela a permis de montrer l'influence des procédures expérimentales sur les mesures rhéologiques et de définir une procédure expérimentale robuste garantissant la répétabilité et la reproductibilité des résultats obtenus.

Puis, à partir de cette procédure expérimentale, il a été montré que les effets de la thixotropie n'affectent que les propriétés solides des boues, les propriétés liquides en étant indépendantes. De plus, cette approche a permis de mettre en évidence que le comportement thixotrope est intrinsèquement lié à la matière organique contenue dans les boues : plus la matière organique est élevée, plus les boues sont thixotropes.

Ensuite, à partir de la matière solide et de la proportion de matière organique contenue dans le solide, un critère plus pertinent que la teneur en matière solide a été établi pour comparer les propriétés rhéologiques entre boues d'origines différentes. Ce critère, appelé consistance équivalente, s'avère suffisant pour tenir compte de l'influence de la composition sur les propriétés rhéologiques des boues. Enfin, selon la valeur de la consistance équivalente, il a été montré que le comportement rhéologique des boues résiduaire peut être considéré comme Newtonien, non-Newtonien simple (effets thixotropes négligeables) ou non-Newtonien avec des effets thixotropes.

Mots-clés : boues résiduaire, matière organique, thixotropie, consistance équivalente

Abstract

Sludge management is a major issue as the production is increasing year after year while the solutions to reuse it are limited. In the context of sustainable management and circular economy, treatment processes need to be well controlled to pilot operating systems. Since treatment processes are essentially based on flowing properties, improving the efficiency requires the measurement and control of sludge rheology, among which viscous properties. However, sludge is complex material and its rheological properties highly dependent of its composition. The solid content, the most usual parameter considered to evaluate rheological properties, is quite limited as sludge consistency is not directly connected to the solid content.

An in-depth state of the art review on non-Newtonian materials rheology with a focus on sewage sludge has underlined the role of organic matter and thixotropy in complex fluid rheological properties.

In that purpose, an experimental methodology was defined to ensure reliable results. This allowed to highlight the impact of experimental setups on rheological measurements and to define a robust experimental methodology that ensures the repeatability and the reproducibility of the measurements.

Then, thanks to this experimental methodology, it has been shown that thixotropy is a solid-like characteristic, viscous properties being independent of material history. In addition, this approach has made it possible to demonstrate that the thixotropic behavior is intrinsically connected to the organic matter content: the higher the organic matter, the more thixotropic the sludge.

Moreover, from the solid matter and the ratio of organic matter in the solid, a criterion (more relevant than the solid content) has been established to compare the rheological properties between sludge of different origins. This criterion, called equivalent consistency, appears to be sufficient to take into account the impact of the composition on sludge rheological properties.

Finally, it has been shown that the rheological behavior of sewage sludge can be considered as Newtonian, simple non-Newtonian (with negligible thixotropic effects) or non-Newtonian with thixotropic effects depending the value of the equivalent consistency.

Keywords: sewage sludge, organic matter, thixotropy, equivalent consistency

Sommaire

Remerciements	7
Résumé	9
Abstract	11
Sommaire	13
Introduction générale.....	17
Références bibliographiques	19
Chapitre 1 : Fonctionnement des stations d'épuration urbaines et production des boues résiduaires... 21	
1 Introduction	23
2 Fonctionnement d'une station d'épuration urbaine	23
2.1 Prétraitement	23
2.2 Traitement primaire	23
2.3 Traitement secondaire	24
3 Traitement des boues résiduaires.....	25
3.1 Epaissement.....	25
3.2 Stabilisation	25
3.3 Conditionnement et déshydratation.....	26
4 Caractéristiques des boues résiduaires	27
4.1 Composition	27
4.2 Structure d'une boue résiduaire.....	27
4.3 Interactions au sein d'une boue résiduaire	28
5 Conclusion.....	29
6 Références bibliographiques	30
Chapitre 2 : Rhéologie des boues résiduaires : état de l'art.....	33
1 Introduction	35
2 Caractérisation rhéologique des fluides non-Newtoniens	35
2.1 Bases de rhéologie expérimentale	35
2.1.1 Cisaillement simple	38
2.1.2 Mode dynamique	41
2.2 Effets perturbateurs des mesures	42
2.2.1 Effets de procédure.....	42
2.2.2 Phénomènes physiques.....	43
2.2.3 Hétérogénéités du cisaillement.....	44
2.3 Modèles rhéologiques courants	46

2.4	Thixotropie	48
2.4.1	Définition.....	48
2.4.2	Description	49
2.4.3	Méthodes d'évaluation de la thixotropie	50
3	Comportements rhéologiques des boues résiduares	51
3.1	Modélisation des propriétés d'écoulement des boues résiduares	52
3.2	Evolution des modèles rhéologiques avec les caractéristiques des boues	52
3.3	Evolution des paramètres rhéologiques avec les caractéristiques des boues.....	53
3.3.1	Influence de la teneur en matière solide et de sa composition	53
3.3.2	Influence de la thixotropie.....	55
4	Conclusion.....	56
5	Références bibliographiques	58
Chapitre 3 : Définition d'une procédure expérimentale pour assurer la reproductibilité des mesures rhéologiques sur les boues résiduares		67
1	Introduction	69
2	Matériels et méthodes.....	69
3	Résultats et discussion.....	71
3.1	Impact de la configuration expérimentale	71
3.2	Impact de la rugosité des surfaces de la géométrie	74
3.3	Impact de la durée de cisaillement	74
3.4	Difficultés supplémentaires liées à la caractérisation rhéologique des boues résiduares	75
3.4.1	Impact du glissement.....	75
3.4.2	Impact de la thixotropie.....	77
4	Définition d'une procédure expérimentale pour les mesures rhéologiques des boues résiduares	80
5	Conclusion.....	83
6	Références bibliographiques	85
Chapitre 4 : Thixotropie des boues résiduares		87
1	Introduction	89
2	Méthodologie expérimentale.....	89
2.1	Préparations des échantillons	89
2.2	Mesures rhéologiques.....	91
2.2.1	Mesure des impacts de l'histoire mécanique.....	91
2.2.2	Mesure des impacts du temps de repos	92
2.3	Méthode d'analyse des données	93
3	Résultats	94
3.1	Evolution du module élastique et du seuil d'écoulement.....	94

3.1.1	Impact de l’histoire mécanique.....	94
3.1.2	Influence des caractéristiques de la boue	100
3.1.3	Impact du temps de repos	104
3.1.4	Influence des caractéristiques de la boue	107
3.2	Evolution de la viscosité infinie	109
4	Discussion	111
5	Conclusion.....	113
6	Références bibliographiques	115
Chapitre 5 : Classification rhéologique des boues résiduaires		117
1	Introduction	119
2	Matériels et méthodes.....	119
2.1	Préparation des échantillons	119
2.2	Mesures	121
3	Résultats et discussion.....	121
3.1	Relation entre le module élastique et le seuil d’écoulement.....	121
3.2	Consistance équivalente : définition à partir des échantillons de référence	124
3.3	Application aux échantillons d’origines différentes	127
3.4	Relation consistance équivalente - paramètres solides : prise en compte de la thixotropie	128
3.4.1	Impact de l’histoire mécanique.....	128
3.4.2	Impact du temps de repos	130
3.4.3	Limites d’influence de la thixotropie.....	131
4	Conclusion.....	133
5	Références bibliographiques	134
Conclusion générale		137
Perspectives		141
Annexes.....		143
1	Annexe 1 : Pompage des boues présentant un seuil d’écoulement dans une conduite cylindrique	145
1.1	Introduction	145
1.2	Caractéristiques des échantillons.....	145
1.2.1	Composition	145
1.2.2	Caractérisation rhéologique des échantillons	145
1.3	Comportement des boues en conduite cylindrique.....	147
1.3.1	Dispositif expérimental	147
1.3.2	Résultats	148
1.4	Conclusion.....	153

1.5	Références	154
2	Annexe 2 : Relation entre paramètres rhéologiques	155
2.1	Relation consistance-contrainte seuil d'écoulement.....	155
2.2	Relation indice d'écoulement-histoire mécanique	155
2.3	Relation indice d'écoulement-teneur en matière solide	156

Introduction générale

Selon l'ONU (2014), 55 % de la population mondiale vivait en zone urbaine en 2014 et cette proportion augmentera jusqu'à 66 % en 2050. La gestion des zones urbaines deviendra l'un des plus grands défis du 21^{ème} siècle. En conséquence directe, la gestion des eaux usées présente un intérêt crucial pour protéger la santé publique et assurer un approvisionnement en eau salubre. Les zones urbaines durables impliquent donc des stations d'épuration performantes permettant non seulement de produire de l'eau propre, mais aussi de gérer et de recycler efficacement les boues résiduelles issues du traitement de l'eau. Dans le contexte français, les coûts liés à la gestion des boues résiduelles (de leur traitement à leur élimination) représentent près de la moitié de la facture de l'assainissement collectif. De fait, l'augmentation de la production des boues et donc de leur coût de gestion due à l'augmentation de la population impose de s'orienter vers des filières de traitement conçues dans une logique de performance et de valorisation.

La principale voie de valorisation des boues résiduelles reste l'épandage pour l'agriculture qui constitue plus de 85 % des boues. Le reste (environ 10 %) est incinéré avec les ordures ménagères (Ciešlik et al. 2015). Cependant, chaque filière d'élimination obéit à des normes strictes car, sans traitements efficaces, les boues résiduelles peuvent présenter des risques majeurs pour les êtres vivants et la nature. Pour ces raisons, les traitements doivent limiter les risques sanitaires et les nuisances olfactives.

Cette logique de performance et de valorisation impose donc d'optimiser les différentes étapes de traitement des boues, ce qui implique de connaître, mesurer, voire anticiper les caractéristiques des boues afin de piloter au mieux les technologies de traitement. Les traitements étant essentiellement basés sur des écoulements, le contrôle des propriétés d'écoulement est nécessaire pour la plupart des dispositifs tels que l'acheminement des boues par pompage (Slatter 2001, Slatter 2008, Eshtiaghi et al. 2012), les mélangeurs et les systèmes d'aération lors du traitement (Cornel et al. 2003, Durán et al. 2015) ou encore les systèmes pour épandre (Baudez 2001). Cela implique donc une estimation précise des propriétés rhéologiques des boues qui restent cependant difficile à obtenir car le matériau est complexe et présente d'importantes variations de comportement, selon son origine, sa composition ou les traitements subis.

En effet, les boues sont un mélange complexe d'eau, de matière minérale, de matière organique et de micro-organismes. De l'entrée à la sortie des filières de traitement, chaque étape de traitement modifie leur composition, ce qui impacte leur comportement. Elles entrent très diluées, brutes et biologiquement très instables et sortent souvent très concentrées et stabilisées. Elles s'apparentent à un liquide, une pâte ou un solide à mesure que la proportion d'eau dans leur composition diminue.

Du point de vue rhéologique, les boues liquides s'écoulent sous l'effet de la gravité alors que les boues pâteuses ne s'écoulent continuellement qu'au-delà d'une contrainte supérieure à sa résistance au cisaillement. Les boues solides ont une très haute résistance au cisaillement. Actuellement, la teneur massique en matière solide de la boue est le seul critère pris en compte pour prédire leur état et le comportement en écoulement associé (U44-041 1985, CEN/TC308 1995). En effet, généralement, les boues solides ont des teneurs en matière solide plus élevées que les boues pâteuses qui à leur tour sont plus concentrées que les boues liquides. Cependant, ce critère n'est pas toujours suffisant puisque la littérature a mis en évidence qu'une boue plus fluide ne correspond pas forcément à une teneur en matière solide plus faible (Baudez and Coussot 2001, Spinosa and Wichmann 2004). Aussi, selon l'origine ou le traitement subi par la boue, même pour une teneur en matière solide bien identifiée, les études n'aboutissent pas toujours aux mêmes conclusions quant aux propriétés rhéologiques. Les origines de cette disparité demeurent encore floues. Certaines études portant sur l'état de l'art de la rhéologie des boues (Seysiecq et al. 2003, Eshtiaghi et al. 2013) évoquent comme origine possible les effets thixotropes. Cependant, il existe très peu de données sur ce sujet concernant les boues.

Face à ce constat, ce travail se propose de déterminer le rôle de la composition de la matière solide dans l'évolution des propriétés rhéologiques de types solides et liquides, plus particulièrement son influence sur la thixotropie des boues.

Pour ce faire, les grandes lignes concernant les procédés de traitement appliqués aux boues résiduaires et leur impact sur la composition de celles-ci ont d'abord été rappelées (chapitre 1). Puis, une étude bibliographique sur la rhéologie des boues a été effectuée tout en recherchant les similitudes avec d'autres matériaux (chapitre 2). Ensuite, une méthodologie expérimentale a été mise en place pour obtenir une meilleure reproductibilité des mesures grâce à l'analyse de différents paramètres liés aux procédures expérimentales qui sont susceptibles d'influencer les mesures (chapitre 3). En nous basant sur cette méthodologie, un protocole expérimental robuste a été mis en place pour décrire et quantifier les effets thixotropes sur les propriétés rhéologiques des boues selon différents ratios entre la matière organique et la matière minérale contenues dans les boues (chapitre 4). Par la suite, une classification rhéologique des boues a été établie grâce à un nouveau critère qui tient compte du ratio matière organique / matière minérale contenu dans le matériau (chapitre 5). Enfin, l'ensemble des conclusions issues de ces chapitres a été synthétisé et des pistes d'amélioration et d'approfondissement de cette étude ont été dégagées.

Références bibliographiques

- Baudez, J.-C. and P. Coussot (2001). "Rheology of aging, concentrated, polymeric suspensions: Application to pasty sewage sludges." *Journal of Rheology* **45**(5): 11-23.
- Baudez, J. C. (2001). " Rhéologie et physico-chimie des boues résiduares pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage." THESE à l'Ecole nationale du génie rural, des eaux et des forêts.
- CEN/TC308 (1995). Usefulness of rheological characterization in sludge management. Report CEN/TC308/WG2-N25.
- Cieślik, B. M., J. Namieśnik and P. Konieczka (2015). "Review of sewage sludge management: standards, regulations and analytical methods." *Journal of Cleaner Production* **90**: 1-15.
- Cornel, P., M. Wagner and S. Krause (2003). "Investigation of oxygen transfer rates in full scale membrane bioreactors." *Water Science and Technology* **47** (11): 313-319.
- Durán, C., Y. Fayolle, Y. Pechaud, A. Cockx and S. Gillot (2015). "Impact of suspended solids on the activated sludge non-newtonian behaviour and on oxygen transfer in a bubble column." *Chemical Engineering Science*.
- Eshtiaghi, N., F. Markis and P. Slatter (2012). "The laminar/turbulent transition in a sludge pipeline." *Water Sci Technol* **65**(4): 697-702.
- Eshtiaghi, N., F. Markis, S. D. Yap, J. C. Baudez and P. Slatter (2013). "Rheological characterisation of municipal sludge: a review." *Water Res* **47**(15): 5493-5510.
- ONU. (2014). "<http://www.un.org/fr/development/desa/news/population/world-urbanization-prospects.html>." Plus de la moitié de la population mondiale vit désormais dans des villes – ONU.
- Seysiecq, I., J.-H. Ferrasse and N. Roche (2003). "State-of-the-art: rheological characterisation of wastewater treatment sludge." *Biochemical Engineering Journal* **16**(1): 41-56.
- Slatter, P. (2008). "Pipe flow of highly concentrated sludge." *Journal of Environmental Science and Health. Part A* **43**(13): 1516-1520.
- Slatter, P. T. (2001). "Sludge pipeline design." *Water science and technology* **44**(10): 115-120.
- Spinosa, L. and K. Wichmann (2004). "Sludge characterization: the rôle of physical consistency." *Water Science and Technology*: 59–65.
- U44-041, A. N. (1985). *Matières fertilisantes. Boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines*.

Chapitre 1 : Fonctionnement des stations d'épuration urbaines et production des boues résiduelles

1 Introduction

Ce chapitre a pour objectif de présenter les grands principes des procédés de traitement appliqués aux eaux usées et aux boues issues de celles-ci. Un accent a été particulièrement mis sur l'impact du procédé sur la consistance et la composition des boues résiduelles. La fin du chapitre fournit une description physique typique des boues et des interactions entre éléments qui composent le matériau.

2 Fonctionnement d'une station d'épuration urbaine

Il existe différents procédés de traitement des eaux polluées mais le plus utilisé en Europe est l'épuration biologique. Ce procédé reproduit l'autoépuration naturelle des eaux qui consiste à dégrader la matière organique par l'intervention des micro-organismes en optimisant les conditions de développement bactérien. Ainsi selon la qualité finale de l'eau traitée et selon les dispositions des stations d'épuration urbaines, plusieurs étapes sont mises en exécution.

La description des différents procédés de traitement des eaux polluées est basée sur l'ouvrage OTV (1997).

2.1 Prétraitement

Cette étape consiste à écarter tous les éléments entravant le bon fonctionnement des systèmes de traitement. A l'entrée de la station, les éléments dont la taille est supérieure à quelques centimètres sont retenus par tamisage et dégrillage. Ensuite suivent les étapes de dessablage et de dégraissage qui consistent à retirer le sable, les graisses et les hydrocarbures difficilement biodégradables. Ces étapes sont effectuées dans le but d'éviter l'abrasion des équipements mécaniques. Après ce prétraitement, le mélange d'eau et de polluants ainsi obtenu subit différents traitements visant à séparer l'eau de ses matières polluantes.

2.2 Traitement primaire

Le traitement primaire consiste à laisser décanter le mélange dans des bassins prévus à cet effet. Ainsi la partie de la matière solide dont la densité est supérieure à celle de l'eau se dépose au fond du bassin où un raclage est effectué de manière périodique. La matière ainsi décantée contient des particules dont la taille peut dépasser le centimètre et est composée majoritairement de matière organique qui peut représenter plus de 80 % de sa masse. Par ailleurs, à cause de sa teneur élevée en matière organique, ce décantât, appelé boue primaire, est biologiquement très instable avec un fort pouvoir fermentescible. Il sera alors retraité pour diminuer la quantité d'eau qu'il contient et assurer sa stabilité biologique. De même, la partie non décantée, encore composée de matières polluantes, est acheminée vers des bassins dits secondaires où elle subira d'autres traitements (Figure 1). Cependant, ce traitement primaire n'est pas appliqué dans certaines petites stations d'épuration où les eaux prétraitées sont directement envoyées dans le bassin dit secondaire.

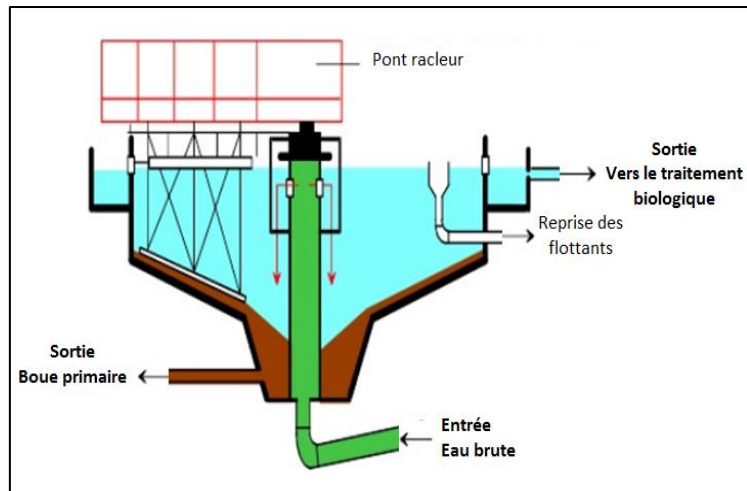


Figure 1 : Représentation schématique du traitement primaire des eaux brutes.

2.3 Traitement secondaire

L'eau toujours polluée issue du traitement primaire est ensuite traitée grâce à l'intervention des micro-organismes mis sous conditions optimales. En effet, par un apport d'air direct ou par brassage continu, on accélère la biodégradation de la matière organique par les micro-organismes. Au cours de ce processus les micro-organismes synthétisent des polymères biologiques appelés polymères exocellulaires qui adhèrent à la matière. Ainsi grâce à ces bio-polymères se forment des agrégats de la matière en suspension appelés floccs bactériens dont la densité est supérieure à celle de l'eau. Par décantation, une partie de l'eau épurée est séparée des floccs bactériens (Figure 2). Le décantât obtenu, dont la matière solide est constituée de ces floccs bactériens, est appelée boue secondaire ou biologique. A ce stade la teneur en matière solide ne dépasse pas 0.4 % de la masse de ces boues. De plus, du fait de la courte durée de ce traitement biologique, une partie de la matière organique n'est pas dégradée. D'autres traitements seront alors nécessaires pour réduire la quantité d'eau et dégrader davantage la matière organique.

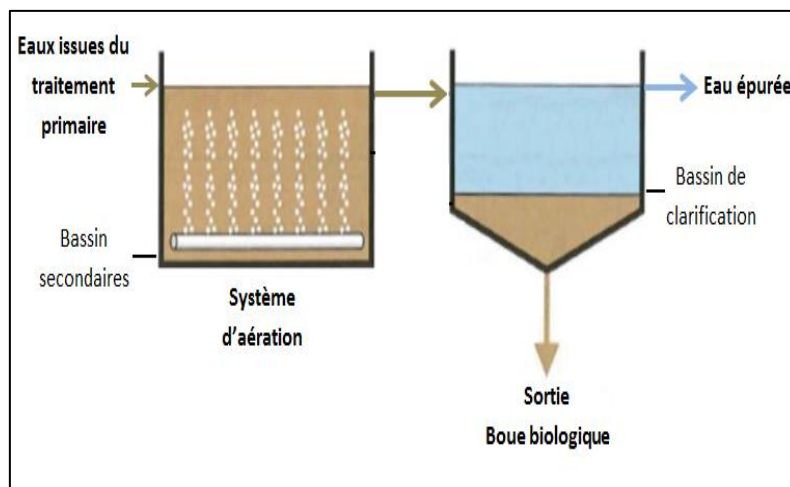


Figure 2 : Principe de fonctionnement du traitement secondaire

3 Traitement des boues résiduaires

A la sortie des traitements primaires et secondaires, les boues résiduaires contiennent plus de 99 % d'eau (Coquery et al. 2011). Elles sont par la suite acheminées vers des filières spécifiques pour être traitées. Le choix des procédés de traitement est guidé par l'objectif de valorisation. Dans ces filières, le traitement vise d'abord à réduire le volume d'eau contenu dans les boues afin de mieux les préparer à une valorisation ou élimination ultérieure. Par la suite, d'autres traitements tels que la stabilisation qui vise à réduire les nuisances olfactives et sanitaires sont mis en œuvre selon la destination du produit final. Selon les stations, les boues primaires et secondaires sont traitées séparément l'une de l'autre ou ensemble en mélangeant les deux. Dans ce cas-là, on parle de boues mixtes. (voir plus de détails avec Sibony (1997), OTV (1997)).

3.1 Epaissement

Cette étape marque le début du traitement des boues. Le procédé utilisé dépend souvent du type de boue. Pour les boues primaires, cela consiste à la laisser décanter. Par gravitation, les particules plus denses que l'eau se déposent au fond, ce qui permet d'augmenter légèrement la teneur en matière solide de la boue. Les valeurs de la teneur en matière solide observée après ce procédé varie entre 1 % et 7 % de la masse de la boue (Bhattacharya 1981, Moeller and Torres 1997). Pour les boues secondaires ou mixtes, l'épaississement dit dynamique sur table d'égouttage est généralement appliqué. Ce procédé consiste à floculer la matière solide contenue dans la boue par l'ajout d'adjuvants synthétiques (appelés polymères floculants) et à déposer cette matière floculée sur une toile filtrante à travers laquelle une partie de l'eau est éliminée (Figure 3). Ainsi après filtration, la teneur en matière solide de la boue représente généralement entre 5 et 6 % de sa masse.

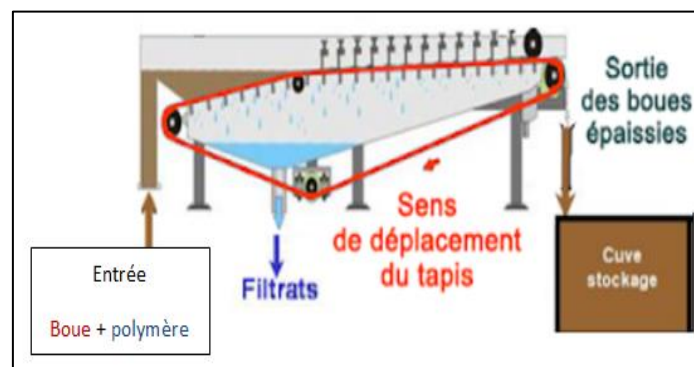


Figure 3 : Schémas de l'épaississement sur table d'égouttage

3.2 Stabilisation

Cette étape est effectuée dans le but de limiter le processus de fermentation de la matière organique lors de la valorisation des boues. Elle peut être effectuée par voie biologique ou chimique.

La stabilisation biologique est réalisée grâce au métabolisme microbien. Ce dernier peut durer plusieurs jours du fait d'une importante quantité de la matière organique la plus difficilement dégradable qui doit être traitée. Par ailleurs, il est à noter que la stabilisation biologique (ou digestion) peut être réalisée en condition aérobie ou anaérobie. La digestion aérobie consiste à accélérer le métabolisme des micro-organismes qui évoluent en milieu oxygéné par un apport permanent d'air dans la boue. A l'inverse, la digestion anaérobie (communément appelée méthanisation) consiste à priver les boues de tout apport d'air pour accélérer le métabolisme des micro-organismes qui évoluent en milieu non oxygéné. A la fin de la stabilisation, la matière organique est fortement réduite. Dans certains cas, elle passe de 80 % (en moyenne à l'entrée de la stabilisation) à moins de 30 % de la masse solide contenue dans la boue (Amir 2005).

La stabilisation chimique est souvent l'ajout de chaux qui permet de stopper l'activité bactérienne et représente souvent le dernier procédé de traitement appliqué aux boues (Figure 4).

3.3 Conditionnement et déshydratation

Avant la déshydratation, les boues sont mélangées à des flocculants minéraux ou organiques comme les polymères flocculants, le chlorure ferrique, ou la chaux (pour coaguler). Ce conditionnement facilite la séparation entre phase solide et la phase aqueuse des boues en formant des floccs. Par la suite, les boues sont déshydratées mécaniquement dans un filtre à bandes, une centrifugeuse ou dans un filtre à plateaux. A l'issue de ce procédé, la boue ainsi obtenue a une teneur en matière solide comprise entre 14 et 30 % selon l'outil de déshydratation utilisé et le filtrat récupéré est généralement réinjecté en tête de station afin d'être à nouveau épuré.

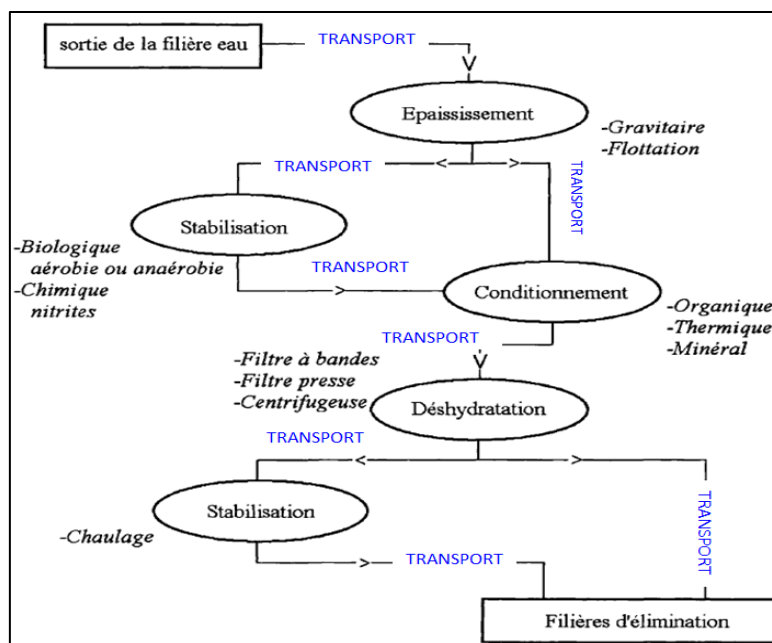


Figure 4 : Résumé des différentes étapes de traitement des boues

4 Caractéristiques des boues résiduaires

4.1 Composition

Les boues résiduaires sont un mélange très hétérogène d'eau et d'une matière solide très variable composée de colloïdes organiques et inorganiques, de fibres, de micro-organismes et d'ions. C'est donc un milieu complexe et vivant et dont la proportion de chaque composé dépend à la fois de l'origine, du type et de l'âge de la boue (Figure 5). De plus, il est compliqué voire impossible de déterminer la composition d'une boue de manière quantitative. Parmi les éléments inorganiques ou minérales rencontrés se trouvent des silicates, des oxydes ferriques, du phosphate de calcium (la liste n'est pas exhaustive). La matière organique, elle, est principalement formée de lipides, de fibres, de protéines et de polysaccharides dont une partie peut se trouver sous forme dissoute (Novak et al. 2003, Tomei et al. 2011). En outre, la proportion de ces composés varie selon la durée ou le type de traitement subi par la boue. Cependant, après un procédé de digestion, une large partie de ces éléments organiques sont sous forme de bio-polymères ou polymères exo-cellulaires (Snidaro et al. 1997, Novak et al. 2003, Sheng et al. 2006).

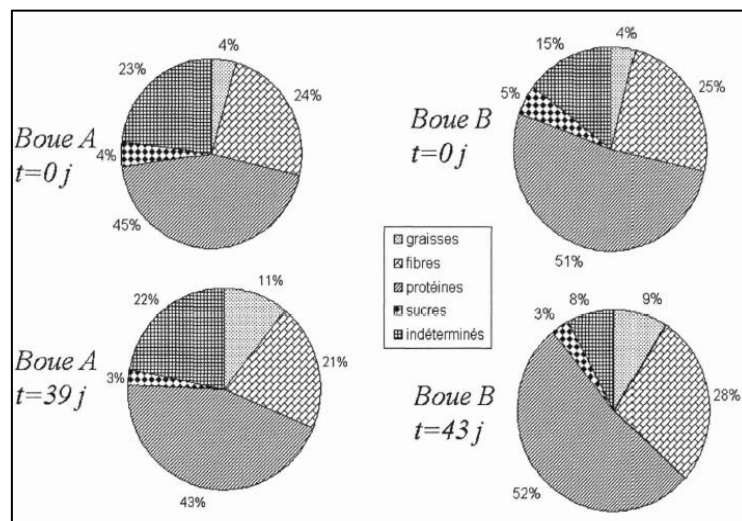


Figure 5 : Composition en éléments organiques et son évolution au cours du stockage de boues résiduaires.
Image tirée de Baudez and Coussot (2001).

4.2 Structure d'une boue résiduaire

La répartition de la matière dans une boue résiduaire est complexe. De manière générale, il est admis que le matériau est composé de floccs poreux dans lesquels l'eau est piégée. Les floccs sont formés de l'ensemble des éléments organiques et minéraux cités précédemment et qui sont organisés en plusieurs niveaux de structuration (Li and Ganczarzyk 1988, Jorand *et al.* 1995, Turchiuli and Fargues 2004) :

- Le premier niveau est fait de petites particules dont la taille est de l'ordre du micromètre et regroupées entre elles, formant ainsi des micro-agrégats.

- Le deuxième niveau est composé d'amas de ces micro-agrégats qui forment une structure locale. Cette dernière est formée d'agrégats d'une taille moyenne de quelques dizaines de micromètres.
- Le troisième niveau est formé d'agrégats du deuxième niveau qui sont liés entre eux par des polymères exo-cellulaires pour former des floccs bactériens. Ce troisième niveau forme une structure dont la taille moyenne des agrégats est de l'ordre d'une centaine de micromètres.

Les floccs étant poreux, l'eau s'y trouve répartie selon différentes conditions physico-chimiques (Vesilind 1994) (Figure 6).

Plusieurs études ont été menées pour déterminer les états de l'eau dans les floccs de boues (Snidaro et al. 1997, Wu *et al.* 1998, Wilen and Balmer 1999, Sponza 2003). Elles concordent toutes sur l'existence d'une eau libre et d'eaux non-libres dans la boue.

L'eau libre est définie comme étant le liquide qui n'est associé à aucune particule solide et qui peut être éliminé par simple drainage ou déshydratation mécanique. La revue bibliographique de Vesilind (1994) décrit l'eau liée (non-libre) comme étant composée de l'eau interstitielle, de l'eau dite vicinale et de l'eau d'hydratation. L'eau interstitielle est celle piégée entre les floccs ou retenue à l'intérieur même des floccs. Elle devient libre lorsque le confinement auquel elle est soumise est supprimé, par exemple lors de la destruction des floccs. L'eau vicinale est physiquement liée aux particules par des liaisons hydrogène. Le retrait du confinement n'entraîne pas sa libération car elle reste adsorbée à la surface des particules. Enfin, l'eau d'hydratation qui est chimiquement liée aux particules solides.

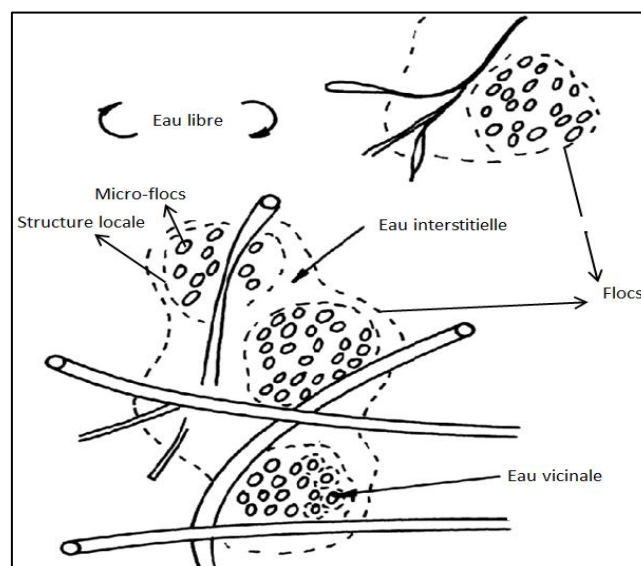


Figure 6 : Structure typique d'un flocc de boue. Image adaptée de Vesilind (1994).

4.3 Interactions au sein d'une boue résiduaire

La matière organique sous forme de bio-polymères est l'élément principal qui donne une stabilité de la matière dans le liquide interstitiel. Ce sont ces bio-polymères qui confèrent aux boues résiduaires leur physique particulière semblable à celle des gels (Keiding et al. 2001, Flemming et al. 2007) grâce à

leurs différents mécanismes d'action au sein du matériau. Ils interagissent d'abord entre eux grâce à des liaisons hydrogènes principalement (Flemming et al. 1996, Mayer et al. 1999), puis avec l'eau à l'aide de leur caractère dual hydrophile / hydrophobe (Forster 1982, Jorand et al. 1998) et lient les particules solides entre elles grâce à leurs effets électrostatiques (Dignac 1998, Tsuneda *et al.* 2003a, Tsuneda *et al.* 2003b). Les boues peuvent donc être vues comme des particules en interaction dans une suspension de polymères exo-cellulaires qui forment une matrice de biofilm tridimensionnelle (Wingender et al. 1999).

5 Conclusion

Une boue résiduaire est un matériau complexe qui évolue sans cesse au cours des procédés de traitement qui peuvent être mécaniques, physico-chimiques ou biologiques. Les procédés de traitement mécaniques ont pour objectif de réduire la quantité d'eau contenue dans les boues. Ils ne modifient pas les éléments contenus dans la matière solide. Les procédés physico-chimiques permettent d'améliorer les procédés mécaniques et / ou de réduire l'activité microbienne par l'ajout d'adjuvants minéraux ou organiques. Ils engendrent donc par cet ajout une modification de la composition de la matière solide et des interactions au sein du matériau. Enfin, les procédés biologiques permettent de dégrader la matière organique par les micro-organismes. Ils modifient alors la matière organique et la transforment majoritairement en polymères exo-cellulaires. Cependant, quel que soit le procédé de traitement, ces derniers sont hautement chargés et interagissent avec l'eau d'une manière similaire aux gels : le caractère physique des boues est similaire à ceux des gels.

6 Références bibliographiques

- Amir, S. (2005). Contribution à la valorisation de boues de stations d'épuration par compostage: devenir des micropolluants métalliques et organiques et bilan humique du compost, INPT.
- Baudez, J.-C. and P. Coussot (2001). "Rheology of aging, concentrated, polymeric suspensions: Application to pasty sewage sludges." *Journal of Rheology* **45**(5): 11-23.
- Bhattacharya, S. N. (1981). "Flow characteristics of primary and digested sewage sludge." *Rheol. Acta*.
- Coquery, M., M. Pomies, S. Martin-Ruel, H. Budzinski, C. Miège, M. Esperanza and J. M. Choubert (2011). "Mesurer les micropolluants dans les eaux usées brutes et traitées-Protocoles et résultats pour l'analyse des concentrations et des flux." *Techniques Sciences Méthodes* **1**(2): 25-43.
- Dignac, M. (1998). Caractérisation chimique de la matière organique au cours du traitement des eaux usées par boues activées, Paris 6.
- Flemming, H. C., T. R. Neu and D. J. Wozniak (2007). "The EPS matrix : the "house of biofilm cells"." *Journal of bacteriology* **189**(22): 7945-7947.
- Flemming, H. C., J. Wingender, R. Moritz and C. Mayer (1996). "The forces that keep biofilms together. ." *Dechema Monographien*: 311-316.
- Forster, C. F. (1982). "Sludge surfaces and their relation to the rheology of sewage sludge suspensions." *Journal of chemical technology and biotechnology* **32**: 799-807.
- Jorand, F., F. Bouebigne, J. Block and V. Urbain (1998). "Hydrophobic/hydrophilic properties of activated sludge exopolymeric substances." *Water Science and Technology* **37**(4-5): 307-315.
- Jorand, F., F. Zartarian, F. Thomas, J. C. Block, J. Y. Bottero, G. Villemin, V. Urbain and J. Manem (1995). "Chemical and structural (2D) linkage between bacteria within activated sludge flocs." *water Res.*
- Keiding, K., L. Wybrandt and P. H. Nielsen (2001). "Remember the water-a comment on EPS colligative properties." *Water Science and Technology* **43**(6): 17-23.
- Li, D. H. and J. J. Ganczarczyk (1988). "Flow through activated sludge flocs." *Water Research* **22**(6): 789-792.
- Mayer, C., R. Moritz, C. Kirschner, W. Borchard, R. Maibaum, J. Wingender and H.-C. Flemming (1999). "The role of intermolecular interactions: studies on model systems for bacterial biofilms." *International Journal of Biological Macromolecules* **26**(1): 3-16.
- Moeller, G. and L. G. Torres (1997). "Rheological characterization of primary and secondary sludges treated by both aerobic and anaerobic digestion." *Bioresource Technology* **61**(3): 207-211.
- Novak, J. T., M. E. Sadler and S. N. Murthy (2003). "Mechanisms of floc destruction during anaerobic and aerobic digestion and the effect on conditioning and dewatering of biosolids." *Water Research* **37**(13): 3136-3144.
- OTV (1997). Traiter et valoriser les boues, Lavoisier Tec & Doc.

- Sheng, G. P., H. Q. Yu and X. Y. Li (2006). "Stability of sludge flocs under shear conditions: roles of extracellular polymeric substances (EPS)." *Biotechnol Bioeng* **93**(6): 1095-1102.
- Sibony, J. (1997). *Traiter et valoriser les boues*. Cachan, France.
- Snidaro, D., F. Zartarian, F. Jorand, J. Y. Bottero, J. C. Block and J. Manem (1997). "Characterization of activated sludge flocs structure." *Water science and technology* **36**(4): 313-320.
- Sponza, D. T. (2003). "Investigation of extracellular polymer substances (EPS) and physicochemical properties of different activated sludge flocs under steady-state conditions
" *Enzyme Microb. Technol.* **32**: 375-385.
- Tomei, M. C., S. Rita and G. Mininni (2011). "Sequential anaerobic/aerobic digestion of waste activated sludge: analysis of the process performance and kinetic study." *N Biotechnol* **29**(1): 17-22.
- Tsuneda, S., H. Aikawa, J. Jung, H. Hayashi, A. Yuasa and A. Hirata (2003b). "Extracellular polymeric substances responsible for bacterial adhesion onto solid surface." *FEMS Microbiol. Lett.* **223**: 287-292.
- Tsuneda, S., J. Jung, H. Hayashi, H. Aikawa, A. Hirata and H. Sasaki (2003a). "Influence of extracellular polymers on electrokinetic properties of heterotrophic bacterial cells examined by soft particle electrophoresis theory." *Colloids Surf. B: Biointerfaces* **29**: 181-188.
- Turchiuli, C. and C. Fargues (2004). "Influence of structural properties of alum and ferric flocs on sludge dewaterability." *Chemical Engineering Journal* **103**(1-3): 123-131.
- Vesilind, P. A. (1994). "The role of water in sludge dewatering." *Water Environment Research* **4-11**.
- Wilén, B. M. and P. Balmer (1999). "The effect of dissolved oxygen concentration on the structure, size and size distribution of activated sludge flocs." *Water Research* **33**(2): 391-400.
- Wingender, J., T. R. Neu and H. C. Flemming (1999). "What are bacterial extracellular polymeric substances?. In *Microbial extracellular polymeric substances* " Springer, Berlin, Heidelberg **1-19**.
- Wu, C. C., C. Huang and D. J. Lee (1998). "Bound water content and water binding strength on sludge flocs." *Water research* **32**(3): 900-904.

Chapitre 2 : Rhéologie des boues résiduaire : état de l'art

1 Introduction

Les boues résiduaires sont des matériaux complexes constitués d'eau, de matière minérale et de matière organique, dont les composants, qui varient selon le procédé de traitement, sont difficilement quantifiables. La matière minérale et la matière organique composent la matière solide du matériau.

Du point de vue physique, toute boue peut être considérée comme une suspension de particules dans un liquide contenant des polymères exo-cellulaires qui forment une matrice de type gel. Du point de vue rhéologique, les boues diluées ont un comportement Newtonien du fait de l'absence d'interactions entre les solides en suspension (Sanin 2002). Cependant, à mesure que la matière solide augmente, les caractéristiques non-Newtoniennes deviennent prédominantes (Campbell and Crescuolo 1982, Eshtiaghi et al. 2013, Ratkovich *et al.* 2013).

Pour mieux comprendre les phénomènes régissant le comportement non-Newtonien des boues résiduaires, nous nous sommes appuyés sur une étude bibliographique portant sur différents matériaux dont le comportement rhéologique leur est similaire. Notre analyse a plus particulièrement porté sur l'influence de la thixotropie et des caractéristiques du matériau sur la modélisation rhéologique. Avant cela, nous avons d'abord revisité les bases en rhéométrie et les artéfacts fréquemment rencontrés lors des mesures en général et dans le cas des boues résiduaires en particuliers.

2 Caractérisation rhéologique des fluides non-Newtoniens

2.1 Bases de rhéologie expérimentale

D'un point de physique, une suspension est diluée si toutes les particules sont suffisamment éloignées les unes aux autres pour qu'aucune n'ait une influence sur l'autre. A mesure que la concentration augmente, chaque particule commence à interagir avec ses voisines via différentes interactions (électrostatique, Van der Waals, etc.) (Gregory 1970, Derjaguin 1987). Lorsqu'on atteint une concentration critique (dite concentration de percolation), un réseau de contacts continu s'établit entre particules. A partir de cette concentration de percolation, le matériau est considéré comme concentré (Veerman et al. 2002, Novak et al. 2003), et des effets élastiques apparaissent et augmentent à mesure que la concentration augmente (Tanner 1988).

D'un point de vue rhéologique, un matériau « dilué » est Newtonien (Jeffery 1922) : la contrainte exercée sur le matériau est proportionnelle au taux de cisaillement. Cette relation n'est plus valable si le matériau est « concentré ». Dans ce cas-là, la caractérisation complète des propriétés rhéologiques revient à déterminer l'ensemble des paramètres de l'équation constitutive du matériau (1) (Steffe 1996, Ancy 2005) :

$$T + pI = \mathcal{F}(\dot{\gamma}(t)) \quad (1)$$

Où T , I , F et p sont respectivement le tenseur des contraintes, le tenseur identité, le gradient de la transformation et la pression.

\mathcal{F} est une fonction tensorielle de F définissant la classe du matériau :

- Si \mathcal{F} implique la dérivée temporelle de F seul, le matériau est un fluide,
- Si \mathcal{F} implique la dérivée temporelle de F et F , le matériau est viscoélastique,
- Si \mathcal{F} n'implique pas la dérivée temporelle de F , le matériau est un solide.

Sous condition d'un cisaillement simple (Figure 7), F est une fonction linéaire du temps (Coleman et al. 1966). Les tenseurs de déformation d et de contraintes T peuvent alors être réduits à :

$$d = -\frac{1}{2}(\dot{F} + \dot{F}^T) = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & \dot{\gamma} & 0 \\ \dot{\gamma} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (2)$$

$$T = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & 0 \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{33} \end{bmatrix} \quad (3)$$

Où $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement et $\sigma_{12}(= \sigma_{21})$ la fonction contrainte de cisaillement telle que :

$$\sigma_{12} = \tau(\dot{\gamma}) \quad (4)$$

Les première (5) et deuxième (6) différences de contraintes normales peuvent être introduites comme suit :

$$N_1 = \sigma_{11} - \sigma_{22} \quad (5)$$

$$N_2 = \sigma_{22} - \sigma_{33} \quad (6)$$

En admettant que le fluide est incompressible, la pression est déterminée indépendamment des autres paramètres et est égale à :

$$p = -\left(\frac{1}{3}\right) \cdot (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (7)$$

Les équations (4), (5) et (6) définissent les fonctions matérielles puisqu'elles reflètent le comportement rhéologique du matériau. En effet, la répartition des contraintes est entièrement caractérisée lorsque les contraintes de cisaillement et normales sont connues. Concernant la deuxième différence de contrainte normale, elle est souvent supposée égale à zéro (Steffe 1996).

Dans les écoulements viscosimétriques, l'état complet de la contrainte dans un fluide est établi par les trois fonctions suivantes : la fonction de viscosité apparente (8) et les premier (9) et deuxième (10) coefficients de contrainte normaux. Ces fonctions se définissent comme suit :

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (8)$$

$$\Psi_1 = \frac{N_1}{\dot{\gamma}^2} \quad (9)$$

$$\Psi_2 = \frac{N_2}{\dot{\gamma}^2} \quad (10)$$

Les techniques de rhéométrie couramment utilisées consistent à soumettre un matériau à un mouvement laminaire en cisaillement (Figure 8) grâce à des géométries spécifiques, ce qui se réduit très souvent à la détermination de la fonction de viscosité apparente. Les géométries habituellement utilisées sont les cylindres concentriques (également appelés géométrie Couette), les plans parallèles (ou géométrie plan-plan) et la géométrie cône-plan. Par ailleurs, il convient de noter que le mouvement de cisaillement peut être simple ou oscillatoire selon les propriétés rhéologiques recherchées.

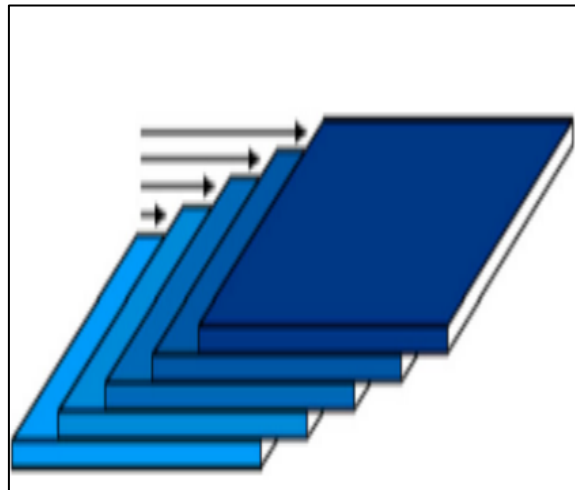


Figure 7 : Schématisation d'une déformation en cisaillement simple. Tout se passe comme si les couches de fluides glissaient les unes sur les autres de manière parallèle. Image extraite de Coussot (2012).

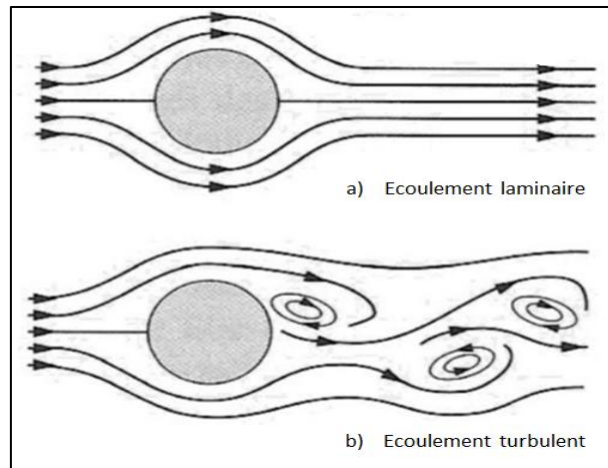


Figure 8 : Schématisation des écoulements laminaire (a) et turbulent (b) d'un fluide autour d'un obstacle. En écoulement laminaire, l'ensemble du fluide s'écoule plus ou moins dans la même direction, sans que les différences locales se contrarient.

2.1.1 Cisaillement simple

La rhéométrie en cisaillement simple consiste à mettre l'échantillon en mouvement de cisaillement laminaire entre une surface en rotation (appelée rotor) et une surface immobile (appelée stator). On peut imposer ou mesurer le couple du moteur M ou la vitesse de rotation Ω . Avec une géométrie bien définie, la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement peuvent être déterminés respectivement en fonction de M et de Ω sous condition d'un cisaillement homogène dans l'échantillon, d'où l'utilisation d'entrefers étroits. Nous verrons plus loin que l'usage d'un entrefer étroit n'est cependant pas une condition suffisante pour garantir l'homogénéité du cisaillement dans l'échantillon.

2.1.1.1 Géométrie Couette

Une géométrie Couette est formée de deux cylindres coaxiaux (Figure 9), un cylindre extérieur creux et un cylindre intérieur plein. Habituellement le dispositif rotatif est le cylindre intérieur.

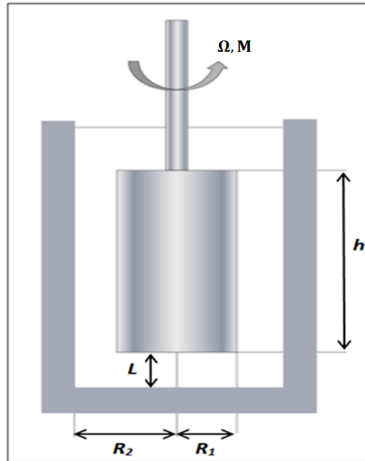


Figure 9 : Schéma d'une géométrie Couette. M et Ω sont respectivement le couple moteur et la vitesse de rotation du rotor.

Dans une telle géométrie, les distributions de contrainte de cisaillement et de vitesse de cisaillement sont déterminées à partir des équations suivantes (Coleman et al. 1966) :

$$\dot{\gamma} = -r \frac{\partial \Omega}{\partial r} \quad (11)$$

$$\tau_r = \frac{M}{2\pi r^2 h} \quad (12)$$

Où r est le rayon compris entre le rayon R_1 du cylindre intérieur et le rayon R_2 du cylindre extérieur. Ces équations mettent en évidence que la distribution de la contrainte de cisaillement est homogène et varie avec $\frac{1}{r^2}$ alors que la distribution du taux de cisaillement est hétérogène et nécessite la connaissance du profil de vitesse.

Pour un fluide inconnu, la loi de comportement est de la forme :

$$\dot{\gamma} = f(\tau) \quad (13)$$

A partir de l'équation (12), la variable r peut être changée en τ (r) :

$$\frac{\partial r}{r} = -\frac{\partial \tau}{2\tau} \quad (14)$$

Si bien que l'équation (11) peut être réécrite sous la forme :

$$\Omega = \int_{R_1}^{R_2} \frac{\dot{\gamma}(r)}{r} dr \Leftrightarrow \Omega = -\frac{1}{2} \int_{\tau_1}^{\tau_2} \frac{f(\tau)}{\tau} d\tau \quad (15)$$

La solution de (15) implique d'abord de connaître la forme de l'équation correspondant au comportement rhéologique du matériau, c'est-à-dire que la relation fonctionnelle entre le taux de cisaillement et la contrainte de cisaillement doit être connue (Steffe 1996).

2.1.1.2 Géométrie plans parallèles

La géométrie à plans parallèles est constituée de deux disques concentriques séparés par une fine couche de matériau telle que $\frac{h}{R} \ll 1$, où R et h sont respectivement le rayon des disques et l'espace entre les disques (Figure 10).

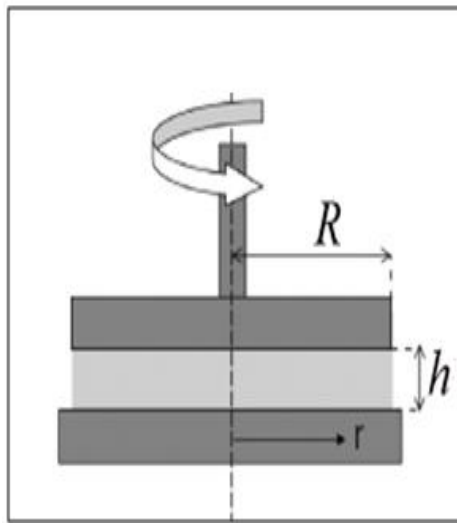


Figure 10 : Schéma d'une géométrie plan-plan (ou plans parallèles). Image tirée de Baudez (2001).

Avec cette géométrie, le taux de cisaillement peut être facilement déterminé alors que la contrainte de cisaillement est hétérogène :

$$\dot{\gamma}_R = \frac{R}{h} \Omega \quad (16)$$

$$M = 2\pi \int_0^R \tau r^2 dr \quad (17)$$

Avec l'aide de l'équation (16), l'équation (17) peut être réécrite comme suit :

$$\frac{M}{2\pi R^3} = \frac{1}{\dot{\gamma}_R} \int_0^{\dot{\gamma}_R} \tau \dot{\gamma}^2 d\dot{\gamma} \quad (18)$$

En différenciant l'équation (18), on obtient :

$$\tau = \frac{3M}{2\pi R^3} + \frac{\dot{\gamma}_R}{2\pi R^3} \cdot \frac{\partial M}{\partial \dot{\gamma}_R} \quad (19)$$

En pratique, avec des fluides à seuil, si la contrainte n'est pas trop élevée, le second terme est souvent négligeable (Coussot 2005). L'équation (19) se réduit alors à :

$$\tau = \frac{3M}{2\pi R^3} \quad (20)$$

2.1.1.3 Géométrie cône-plan

Elle est constituée d'un disque et d'un cône ayant tous les deux le même rayon R . Le cône fait un angle θ avec le plan horizontal ($\theta \ll 1$). L'entrefer séparant le disque et le cône est très faible (Figure 11).

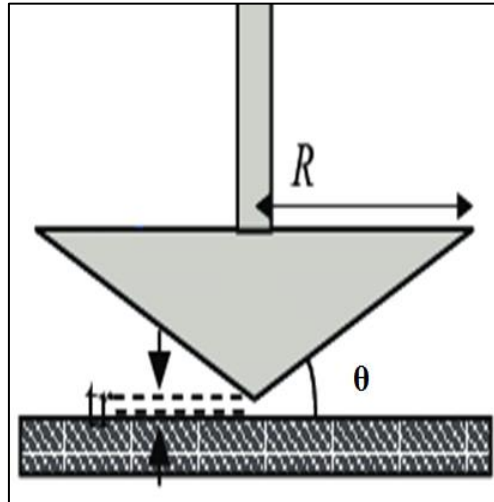


Figure 11 : Schéma d'une géométrie cône-plan. Les pointillés représentent l'entrefer qui sépare le disque fixe (en noir) du disque mobile (en gris).

L'utilisation d'une telle géométrie assure un cisaillement homogène, permettant de calculer facilement le taux de cisaillement et la contrainte de cisaillement comme suit :

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\tan(\theta)} \approx \frac{\Omega}{\theta} \quad (21)$$

$$\tau = \frac{3M}{2\pi R^3} \quad (22)$$

2.1.2 Mode dynamique

En mode dynamique, l'échantillon confiné dans l'entrefer de la géométrie est soumis à des mouvements laminaires de cisaillement dont l'amplitude varie autour d'une position d'équilibre de manière sinusoïdale. Ainsi, lorsqu'on impose une déformation sinusoïdale, la contrainte résultante est également de forme sinusoïdale avec un déphasage \odot telle que :

$$\gamma = \gamma_0 \cdot \sin(\omega \cdot t) \quad (23)$$

$$\tau = \tau_0 \cdot \sin(\omega \cdot t + \odot) \quad (24)$$

Où γ_0 et τ_0 sont respectivement les amplitudes maximales de déformation et de contrainte, ω la fréquence d'oscillation et t le temps.

L'équation peut être réécrite sous la forme (les détails sont disponibles avec Giacomini and Dealy (1993) et Couarraze and Grossiord (1983)) :

$$\tau = \gamma_0 \cdot G' \cdot \sin(\omega \cdot t) + \gamma_0 \cdot G'' \cdot \cos(\omega \cdot t) \quad (25)$$

On déduit à partir des équations (24) et (25) :

$$G' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cdot \cos(\odot) \quad (26)$$

$$G'' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cdot \sin(\odot) \quad (27)$$

Où G' et G'' représentent respectivement les modules de stockage (ou module élastique) et de dissipation (ou module visqueux).

L'avantage de la rhéométrie dynamique est qu'elle permet de nettement distinguer les propriétés élastiques des propriétés visqueuses. Elle permet notamment d'obtenir des informations sur le comportement de type solide des matériaux lorsqu'il n'y a pas d'écoulement établi (Cox and Merz 1958, Kulicke and Porter 1980).

Avec des géométries bien spécifiques permettant de travailler en régime de cisaillement laminaire, il est donc possible de mesurer des grandeurs macroscopiques et de déduire une loi de comportement du matériau via des modèles rhéologiques empiriques basés sur la forme de la courbe décrite par ces grandeurs macroscopiques. Cependant, il faut être prudent sur la représentativité du comportement intrinsèque du matériau de ces grandeurs mesurées. Les mesures peuvent en effet être impactées par différents phénomènes qu'il convient de maîtriser ou de prendre en compte dans l'analyse des données.

2.2 Effets perturbateurs des mesures

Comme rapporté précédemment, la rhéométrie simple ou dynamique est une technique de mesure relativement facile de mise en œuvre. Cependant, son usage nécessite des précautions particulières.

2.2.1 Effets de procédure

De façon plus générale, le calibrage des rhéomètres est fait avec des huiles Newtoniennes. Cela n'est pas toujours satisfaisant si l'échantillon à mesurer a un comportement non-Newtonien. En effet, un calibrage avec une huile Newtonienne réalisé avec une géométrie plans parallèles montre un décalage systématique de 0.75 entre les données brutes et celles affichées par le rhéomètre (Figure 12) (Baudez 2001), ce qui nécessite donc de recalculer les grandeurs affichées à partir des valeurs brutes.

De même, des effets de bords se produisent avec toutes les géométries. En ce qui concerne la géométrie Couette, le couple mesuré intègre non seulement la contribution du cisaillement des surfaces verticales mais aussi la contribution de cisaillement des surfaces supérieure et inférieure qui doivent être évaluées. Avec une géométrie plans parallèles ou cône-plan le rayon cisailé effectif peut être plus petit que le rayon de la géométrie à cause d'un creusement de l'échantillon, affectant fortement les résultats finaux (Baudez and Coussot 2001). De plus, pour ces géométries, une partie de l'échantillon est susceptible d'être éjectée au-delà d'un certain de taux de cisaillement, ce qui affecte également les résultats finaux. Les gammes de cisaillement utilisées avec ces géométries doivent alors être très limitées.

Un autre facteur à prendre en compte est l'adéquation de l'entrefer utilisé avec le matériau étudié. Par exemple, en raison de son entrefer très étroit (moins de 0,1 mm), la géométrie cône-plan ne convient qu'aux matériaux dont les particules sont de très faibles dimensions. Ainsi, elle ne peut pas être utilisée pour la rhéologie des boues résiduaire qui contiennent des particules pouvant atteindre plus de 1 mm de diamètre moyen. Cela engendrait des coincements des particules dans l'entrefer, ce qui fausserait la mesure.

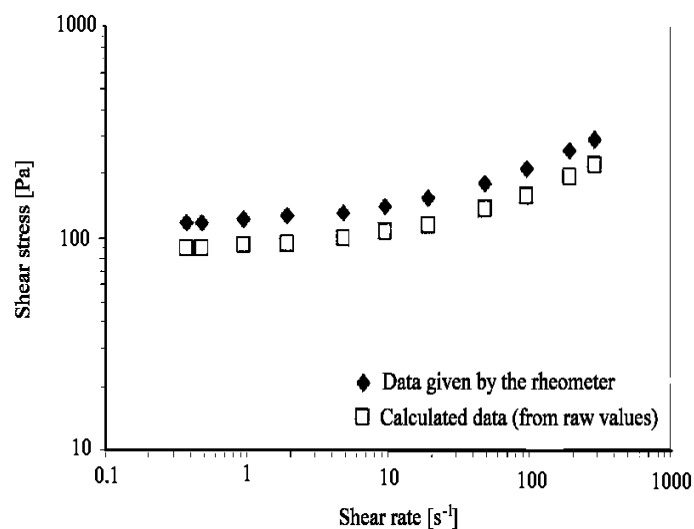


Figure 12 : Courbes d'écoulement issues d'une géométrie plans parallèles d'une crème cosmétique déterminée à partir des valeurs brutes et affichée par le rhéomètre (Baudez 2001).

2.2.2 Phénomènes physiques

D'autres éléments perturbateurs strictement liés aux conditions expérimentales et aux caractéristiques intrinsèques du matériau peuvent induire des erreurs d'analyse des mesures (quelques illustrations en Figure 13). Typiquement, des échantillons de très faibles teneurs en matière solide sont susceptibles de sédimenter. La sédimentation rend hétérogène le matériau, ce qui peut fausser les mesures rhéologiques. Cependant, lorsqu'on induit un taux de cisaillement remettant les particules sédimentées en suspension, les mesures macroscopiques ne sont pas affectées par la sédimentation (Hafid *et al.*

2015). Pour ce qui est des matériaux très concentrés, l'échantillon peut se fracturer lorsque le taux de cisaillement est élevé (Coussot 2014). Pour cette raison, les études rhéologiques ne sont effectuées que sur des teneurs en matière solide limitées. Une récente étude (Mouzaoui et al. 2018) ouvre la possibilité de mesurer les propriétés rhéologiques des boues résiduaires très concentrées grâce à une méthode permettant de corriger la présence de fractures.

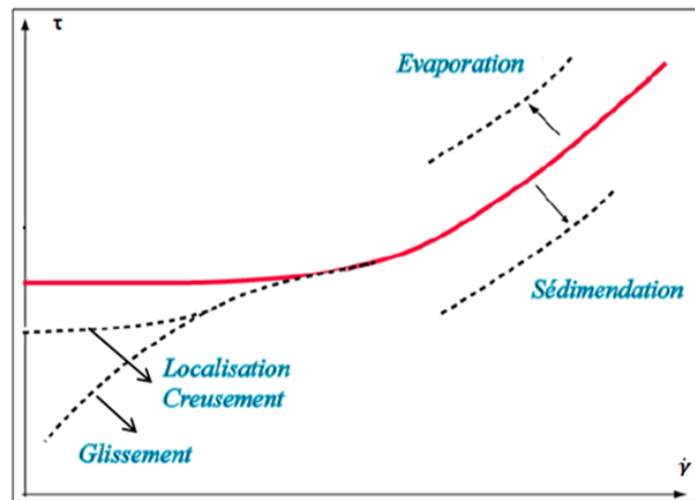


Figure 13 : Modification de la courbe d'écoulement par les artéfacts.

2.2.3 Hétérogénéités du cisaillement

2.2.3.1 Bandes de cisaillement

Lorsque la vitesse de cisaillement est faible et pour un fluide suffisamment consistant, ce qui est souvent le cas pour les boues résiduaires, on observe deux zones de cisaillement distinctes (Figure 14). Dans le cas d'une géométrie Couette, une première zone proche du rotor est cisailée de manière homogène alors qu'une deuxième zone proche du stator reste non cisailée. Ce phénomène de cisaillement hétérogène est appelé bandes de cisaillement et est observé dans les matériaux à seuil (Manneville 2008, Fall et al. 2009, Coussot and Ovarlez 2010). Ce phénomène s'observe aussi sur les boues (Baudez 2008).

Cependant, grâce à des techniques de vélocimétrie par imagerie par résonance magnétique, Moller et al. (2008) montrent que des bandes de cisaillement sont observables même dans une situation de cisaillement suffisamment élevé. Ils estiment que c'est une forme d'instabilité d'écoulement due à l'existence localisée d'agrégats solides. De plus, Ovarlez *et al.* (2009) montrent qu'à certains cisaillements, bien qu'on puisse observer une bande de cisaillement, le taux de cisaillement est continu et suggère également que ce phénomène est typique d'une grande variété de matériaux qui présentent un comportement rhéologique fortement non linéaire et / ou une structure complexe. Par conséquent, l'hypothèse d'un écoulement homogène peut être considérée malgré la présence de bandes de cisaillement, à condition que l'épaisseur de la bande cisailée soit largement supérieure à celle non

cisaillée (Coussot and Ovarlez 2010, Coussot 2012). L'utilisation d'un entrefer étroit et d'un cisaillement suffisamment élevé satisfait cette condition.

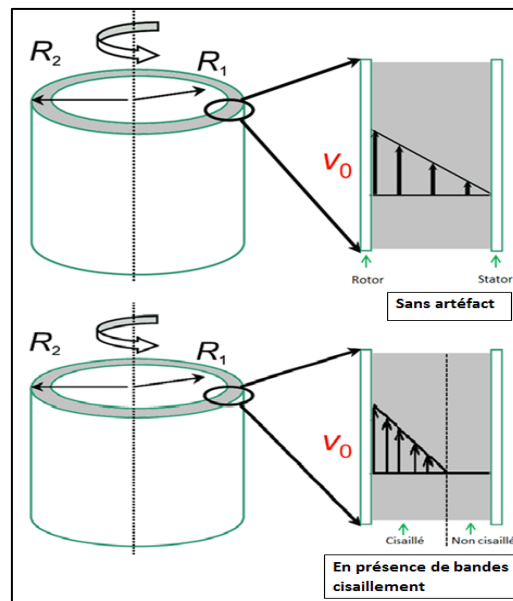


Figure 14 : Schématisation de la modification de la distribution de la vitesse de cisaillement dans l'échantillon en présence de bandes de cisaillement

2.2.3.2 Glissement aux parois

Le glissement est un manque ou une absence d'adhérence du fluide à la paroi solide du rhéomètre (Barnes 1995). C'est un phénomène très largement étudié dans la littérature (Saak et al. 2001, Walls et al. 2003, Meeker et al. 2004, Tabuteau et al. 2004, Seth et al. 2008, Ahuja and Singh 2009, Ballesta et al. 2012, Poumaere et al. 2014, Ghosh et al. 2016). Pour les fluides à seuil, il se manifeste systématiquement lorsque des surfaces lisses sont utilisées (Figure 15) pour divers matériaux tels que les gels colloïdaux (Ballesta et al. 2008, Ballesta et al. 2012, Poumaere et al. 2014), les bétons (Saak et al. 2001) ou les boues résiduaires (Tabuteau et al. 2004). Pour une grande partie des auteurs, le glissement est dû à la présence d'une fine couche de liquide de viscosité plus faible que celle du reste du matériau à proximité de la surface de contact avec la géométrie utilisée. La présence de cette fine couche serait due à la migration de particules (des bords vers l'intérieur du matériau) induite par le cisaillement. Hafid et al. (2015) ont montré que cette migration de particules n'a lieu que pour de faibles taux de cisaillements, suggérant ainsi que le glissement ne se manifeste que dans les faibles taux de cisaillement.

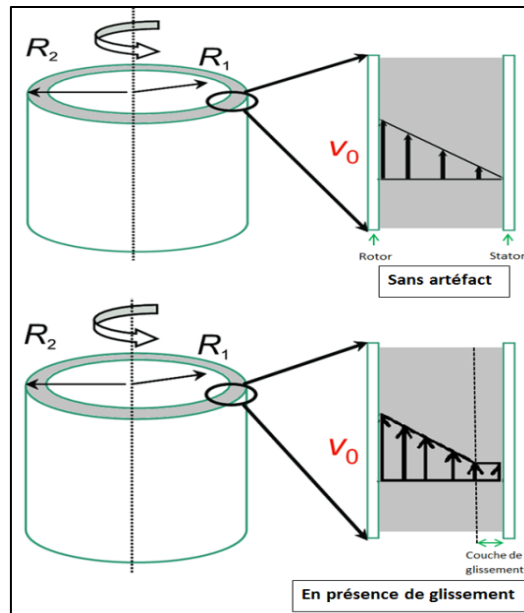


Figure 15 : Schématisation de la modification de la distribution de la vitesse de cisaillement dans l'échantillon en présence de glissement sur le stator.

Une des conséquences de la présence de glissement est une sous-estimation du seuil d'écoulement (Barnes 1995, Roberts and Barnes 2001, Bertola et al. 2003, Poumaere et al. 2014). De plus, plus le seuil d'écoulement réel du matériau est important, plus cette sous-estimation du seuil est importante (Ahuja and Singh 2009, Divoux et al. 2015, Ghosh et al. 2016). De fait, contrôler la présence d'un glissement et le supprimer est donc essentiel afin d'aboutir à des mesures plus fiables. La manière la plus simple de mettre en évidence le glissement est la comparaison entre une courbe d'écoulement obtenue avec une géométrie rugueuse et celle obtenue avec une géométrie lisse. Un décalage entre les deux courbes indique la présence d'un glissement sur la géométrie lisse. Cependant, le simple fait que la géométrie soit rugueuse ne suffit pas à supprimer le glissement, puisque pour certains matériaux un glissement est observé même sur une surface rugueuse (Poumaere et al. 2014). Par conséquent, des essais préalables permettant de détecter une possible présence d'un glissement doivent être effectués car, à l'heure actuelle, il n'existe pas de préconisation d'un degré de rugosité pour s'affranchir de l'impact du glissement sur les mesures.

2.3 Modèles rhéologiques courants

Le modèle rhéologique le plus générique pour les fluides non-Newtoniens sans seuil est celui d'Ostwald (loi en puissance). Il est de la forme :

$$\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n \quad (28)$$

$\eta = k \cdot \dot{\gamma}^{n-1}$ étant la viscosité apparente du fluide, où k et n sont respectivement le facteur de consistance (ou module sécant) et l'indice d'écoulement du fluide. On peut remarquer que pour n égal à 1, le fluide est Newtonien, auquel cas, k représente la viscosité Newtonienne. Pour $n < 1$, la

viscosité décroît avec l'augmentation du taux de cisaillement : le matériau est alors rhéo-fluidifiant. La plupart des solutions aqueuses de polymères obéissent à ce modèle (Steffe 1996, Bellalta et al. 2012, Moretto et al. 2015). La rhéo-fluidification est souvent expliquée par l'orientation des particules solides dans le sens du cisaillement (Figure 16), facilitant ainsi l'écoulement du liquide interstitiel (Chaffey 1977, Wagner and Brady 2009, de Oliveira et al. 2012, Shikinaka et al. 2014). Pour $n > 1$, la viscosité croît avec l'augmentation du taux de cisaillement : le matériau est alors rhéo-épaississant. Les matériaux possédant ce type de comportement sont beaucoup plus rares.

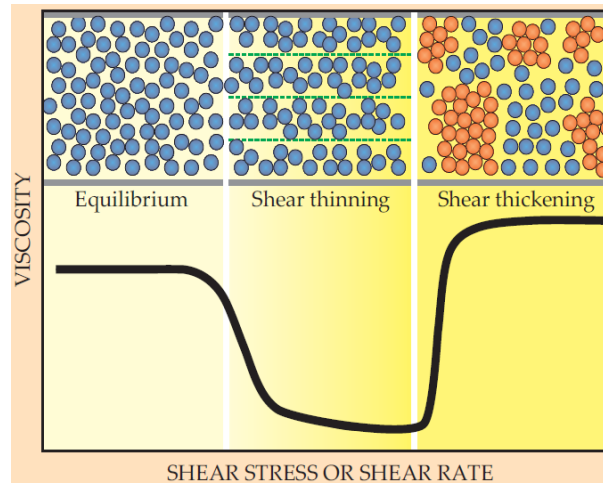


Figure 16 : Changements microstructuraux d'une dispersion colloïdale à l'origine de la rhéo-fluidification (shear thinning en anglais) ou du rhéo-épaississement (shear thickening en anglais) (Wagner and Brady 2009).

Concernant les fluides à seuil, le modèle le plus simple pour les caractériser est celui du modèle plastique de Bingham (1922) qui considère qu'au-delà du seuil la viscosité du fluide tend très rapidement vers une limite. Le modèle utilisé dans ce cas est celui de Bingham et est de la forme :

$$\tau = \tau_c + \mu_B \cdot \dot{\gamma} \quad (29)$$

Où τ_c est la contrainte seuil d'écoulement et μ_B la viscosité plastique de Bingham. Cette dernière représente la viscosité limite du fluide (appelé également viscosité infinie pour certains auteurs).

Cependant pour beaucoup de suspensions, la courbe d'écoulement ne se limite pas à une droite au-delà du seuil. Dans ce cas, le modèle le plus fréquemment utilisé est celui de Herschel-Bulkley (Herschel and Bulkley 1926). Il est utilisé pour de simples suspensions de billes mono-disperses (Mangesana et al. 2008), de particules poly-disperses (Yoon and El Mohtar 2012, Li et al. 2014), des émulsions (Bécu et al. 2006, Ovarlez et al. 2015), des mousses (Cohen-Addad et al. 2013) et des matériaux plus complexes tels que le béton fluide (De Larrard et al. 1998, Hafid et al. 2015, 2016) ou des boues (Agarwal et al. 2013, Jiang et al. 2014). Le modèle de Herschel-Bulkley est de la forme :

$$\tau = \tau_c + k \cdot \dot{\gamma}^n \quad (30)$$

Où τ_c , k et n sont respectivement la contrainte seuil d'écoulement, le facteur de consistance et l'indice d'écoulement du fluide.

Par ailleurs, il est aisé de remarquer que le modèle de Herschel-Bulkley est une généralisation de celui de Bingham car les deux modèles se confondent pour n égal à 1.

Cependant, ces modèles rhéologiques ne prennent pas en compte la possible variation des propriétés d'écoulement du matériau avec le temps. Or, le comportement rhéologique de différents matériaux non-Newtoniens évolue avec le temps. En effet, pour ces matériaux, le niveau de contrainte diminue avec le temps sous un taux de cisaillement donné. Cela est dû est à un phénomène appelé thixotropie qu'il convient d'expliquer.

2.4 Thixotropie

2.4.1 Définition

La définition courante de la thixotropie est une diminution de la viscosité apparente au cours du temps lorsqu'une contrainte constante est appliquée, et, après suppression de cette contrainte, le matériau retrouve sa viscosité apparente initiale après un temps de repos suffisant (Mewis 1979, Barnes 1997, Mewis and Wagner 2009) (Figure 17). Cependant la définition la plus complète est celle de Douglas and Considine (1976). Selon ces auteurs, un matériau est thixotrope si sa viscosité est non seulement une fonction du temps d'application de la contrainte, mais également de l'historique du mouvement du matériau. Cela veut dire que, sous conditions fixes (en cisaillement ou au repos), les propriétés rhéologiques dépendent du temps et de toute l'histoire mécanique antérieure du matériau.

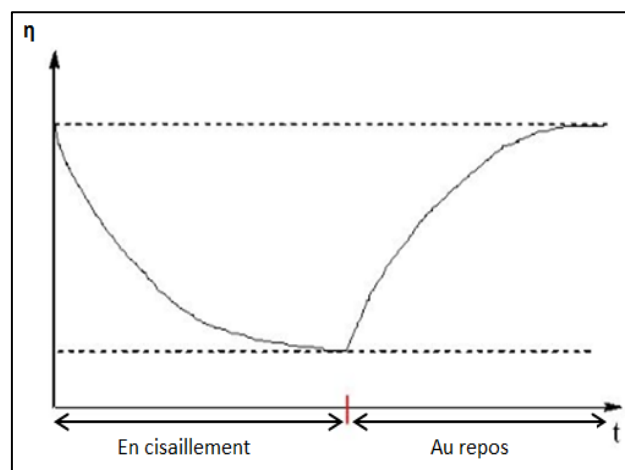


Figure 17 : Evolution en fonction du temps de la viscosité d'un matériau thixotrope. Les deux traits en pointillé représentent les limites d'évolution de la viscosité.

Cette évolution des propriétés rhéologiques dans le temps peut être expliquée par une diminution réversible de l'état de structuration des particules solides du matériau (Coussot *et al.* 2002, Quemada

2008) : diminution sous cisaillement de l'état de structuration puis restructuration (augmentation de l'état de structuration) avec le temps, après suppression du cisaillement, c'est-à-dire lorsque le matériau est au repos.

2.4.2 Description

En se basant sur différentes études sur plusieurs matériaux, les mécanismes de diminution et d'augmentation de l'état structuré des matériaux thixotropes sont décrits comme suit.

2.4.2.1 Sous cisaillement

Dans les tous premiers instants du cisaillement, la microstructure est instantanément réorganisée pour former des agrégats plus grands (Bubakova et al. 2013). Au-delà d'une réorganisation maximale stable, les agrégats commencent à se diviser (Becker et al. 2009, Masschaele et al. 2011, Bubakova et al. 2013). Avec le temps, ces agrégats se subdivisent jusqu'à atteindre une taille limite stable marquant la fin de l'évolution de la microstructure (Li et al. 2006, Mutl et al. 2006, Becker et al. 2009, Masschaele et al. 2011) (Figure 18). La valeur de la taille limite des agrégats dépend de la teneur en solides du matériau (Oles 1992) : plus la teneur en solides est élevée, plus la taille limite est grande. De plus, pour une teneur en solides donnée, cette taille limite des agrégats diminue avec l'augmentation de l'intensité du cisaillement mais ne semble pas être affectée par la durée de cisaillement (Spicer and Pratsinis 1996, Bouyer et al. 2005, Bubakova et al. 2013) (Figure 19).

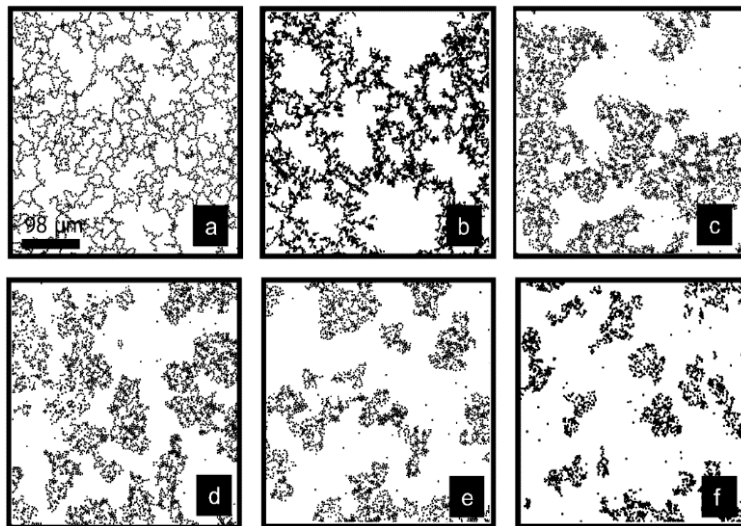


Figure 18: Structure finale des agrégats de polystyrène en suspension après des taux de cisaillement de 0 s^{-1} (a), 0.015 s^{-1} (b), 0.026 s^{-1} (c), 0.16 s^{-1} (d), 0.54 s^{-1} (e), et 2.03 s^{-1} (f). Image tirée de Masschaele et al. (2011).

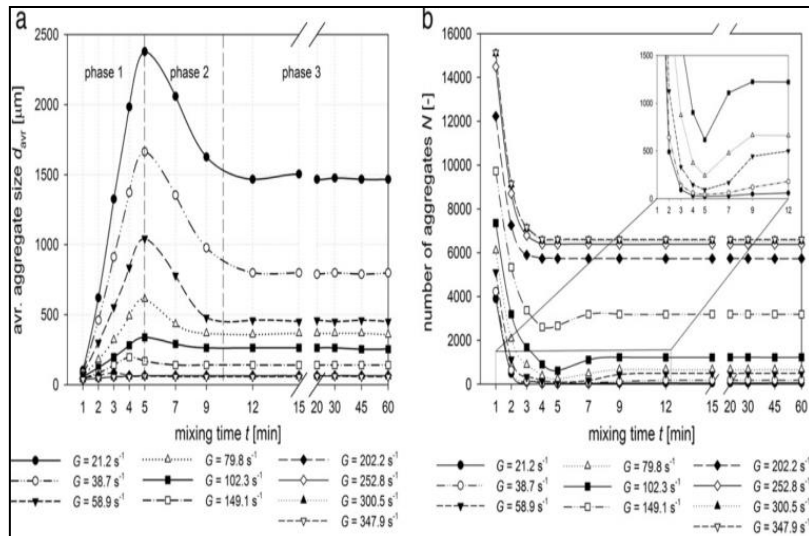


Figure 19: Evolution de la taille moyenne des agrégats (a) et du nombre d'agrégats (b) en fonction de la durée du cisaillement et de l'intensité du taux de cisaillement (notée G sur la figure). Les phases 1, 2 et 3 sont respectivement marquée par plus d'agrégations que de fragmentation, une fragmentation supérieure à l'agrégation et une stabilisation fragmentation / agrégation des particules. Figure tirée de Bubakova et al. (2013).

Cependant, cette description ne semble être valable que pour des cisaillements pouvant induire un écoulement stable. En effet, pour des contraintes de cisaillement inférieures au seuil d'écoulement, le matériau se restructure plus qu'il ne se déstructure (Viasnoff and Lequeux 2002, Khalkhal and Carreau 2012), suggérant une compétition entre cinétique de restructuration, indépendante du cisaillement, et cinétique de déstructuration, dépendante du cisaillement.

2.4.2.2 Au repos

Lorsque le cisaillement est supprimé, une structure se reforme instantanément (Amorós et al. 2002). Avec le temps de repos, cet état structuré augmente jusqu'à atteindre un niveau maximum stable (Khalkhal and Carreau 2012, García et al. 2015) qui correspond à son état initial. Le temps de repos nécessaire pour atteindre ce niveau maximum stable semble dépendre de l'histoire mécanique (Ovarlez and Chateau 2008, Khalkhal and Carreau 2012) et de la teneur en solides (Quemada 2008, Khalkhal and Carreau 2012). Cependant, à un temps expérimental donné, certains matériaux n'arrivent jamais à recouvrer leur état initial tant leur cinétique d'évolution est lente (Quemada 2008).

2.4.3 Méthodes d'évaluation de la thixotropie

La méthode d'évaluation souvent utilisée est la détermination de la boucle d'hystérésis (Tixier *et al.* 2003, Huang and Lu 2006, Li *et al.* 2011). Elle consiste à appliquer successivement une rampe de contrainte (ou de taux de cisaillement) croissante et une autre rampe décroissante (Figure 20). Ainsi, les deux courbes d'écoulement obtenues constituent la boucle d'hystérésis et la surface entre elles représente l'étendue des effets thixotropes.

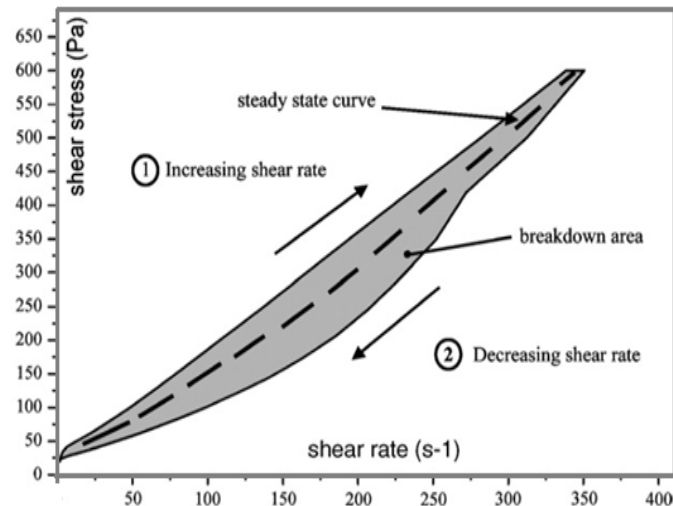


Figure 20 : Exemple de boucle d'hystérésis. 1 et 2 représentent les courbes d'écoulement résultant respectivement d'une rampe croissante et d'une rampe décroissante. Figure tirée de Roussel (2006).

Cependant, il a été démontré que cette méthode dépend de la procédure expérimentale (Banfill and Saunders 1981, Baudez 2006). Une autre approche consiste à suivre les propriétés du matériau grâce à des mesures dynamiques sous conditions particulières. La contrainte oscillatoire doit être suffisamment faible pour que le matériau reste toujours dans son régime solide (Ovarlez and Coussot 2007, Mewis and Wagner 2009). D'après plusieurs auteurs (Viasnoff and Lequeux 2002, Mahaut et al. 2007), même avec cette condition, les paramètres solides du matériau peuvent dépendre de la contrainte appliquée. Ovarlez and Chateau (2008) ont vérifié que cette dépendance est négligeable si la déformation oscillatoire résultante ne dépasse pas 1 %.

Cependant, en dynamique, toutes les valeurs mesurées peuvent dépendre de la fréquence oscillatoire (Wyss et al. 2007, Mewis and Wagner 2009). Dans leur méthodologie, (Mahaut *et al.* 2008) ont montré que l'utilisation de très faibles fréquences oscillatoires (entre 0 et 3 Hz) n'affecte pas les propriétés solides du matériau utilisé.

Par conséquent, pour mieux capter les effets thixotropes grâce à cette approche tout en limitant l'influence de la condition expérimentale, suivre l'évolution des propriétés solides sous basses fréquences et à faibles déformations semble être une approche pertinente.

3 Comportements rhéologiques des boues résiduaires

Les boues résiduaires sont des matériaux viscoélastiques (Baudez and Coussot 2004, Baudez *et al.* 2011, Eshtiaghi *et al.* 2012, Baudez *et al.* 2013, Eshtiaghi et al. 2013, Ratkovich et al. 2013, Segalen *et al.* 2015, Ségalen *et al.* 2015b, Farno *et al.* 2016). Selon le niveau de cisaillement auquel elles sont soumises, l'un ou l'autre des caractéristiques viscoélastiques prédomine. En effet, les études en mesure dynamique (Ayol et al. 2006, Mori et al. 2006, Baudez et al. 2013, Eshtiaghi et al. 2013b) montrent qu'il existe une déformation limite, en dessous de laquelle $G' \gg G''$, signifiant que les effets visqueux

sont négligeables devant les effets élastiques. Les mêmes études montrent également que les effets visqueux deviennent prédominants au-delà de cette déformation limite. Les boues se comportent donc comme des solides en faible cisaillement et comme des liquides lorsque le cisaillement est élevé, ce qui peut se résumer par :

$$\text{Pour } G' \gg G'', \dot{\gamma} \rightarrow 0 \text{ (régime solide)} \quad (31)$$

$$\text{Pour } G' < G'', \tau = f(\dot{\gamma}) \text{ (régime liquide)} \quad (32)$$

3.1 Modélisation des propriétés d'écoulement des boues résiduares

Les modèles rhéologiques communément admis comme représentant des propriétés d'écoulement des boues résiduares sont le modèle d'Ostwald ou loi de puissance (28) (Moeller and Torres 1997, Barbot et al. 2010, Wang and Dentel 2010), le modèle de Bingham (29) (Slatter 1997, Mikkelsen 2001, Guibaud et al. 2004) et le modèle de Herschel-Bulkley (30) (Yang *et al.* 2009, Markis *et al.* 2013, Jiang et al. 2014, Markis *et al.* 2014, Segalen et al. 2015). Le choix d'un modèle plutôt qu'un autre nécessite la prise en compte de différentes caractéristiques du matériau.

3.2 Evolution des modèles rhéologiques avec les caractéristiques des boues

Il apparait que le modèle de Bingham est plus adapté pour les boues faiblement concentrées en matière solide (Slatter 1997, Sozanski et al. 1997, Laera et al. 2007, Garakani et al. 2011). Tandis que pour les boues résiduares plus concentrées un modèle de type Herschel-Bulkley est très largement utilisé pour représenter leur comportement (Bhattacharya 1981, Baudez and Coussot 2001, Tixier et al. 2003, Garakani et al. 2011, Eshtiaghi et al. 2012, Jiang et al. 2014, Markis et al. 2014, Trávníček and Junga 2014, Segalen et al. 2015, Markis *et al.* 2016). Ce modèle est souvent réduit à une loi de puissance lorsque les contraintes de cisaillement sont bien supérieures à la contrainte seuil (Baudez and Coussot 2001, Xia et al. 2009, Garakani et al. 2011). Cependant, le modèle de Herschel-Bulkley ne correspond plus au comportement des boues concentrées dans les hauts taux de cisaillement. En effet, le modèle de Herschel-Bulkley prédit une viscosité qui tend vers 0 à de très hauts taux de cisaillement. Or, la viscosité du matériau ne peut être inférieure à celle du liquide suspendant. En effet, la courbe d'écoulement tend vers une asymptote dont la pente représente une viscosité limite du matériau (Baudez et al. 2011). Il est alors nécessaire d'inclure une viscosité limite dans ce modèle. De cette façon, il devient possible de tenir compte de l'évolution de la courbe d'écoulement dans son intégralité pour toutes les boues et pour une large gamme de taux de cisaillement. Baudez et al. (2011) proposent un modèle modifié de Herschel-Bulkley (33), en intégrant un paramètre qui est la pente de cette asymptote et représente donc la viscosité limite (ou viscosité infinie) du matériau :

$$\tau = \tau_c + (k \cdot \dot{\gamma}^{n-1} + \mu_\infty) \cdot \dot{\gamma} \quad (33)$$

μ_∞ est la viscosité limite (appelé aussi viscosité infinie ou limite ou de Bingham).

Dès lors, le modèle (33) peut être considéré comme le modèle le plus générique à partir duquel découlent tous les autres modèles. En effet, pour n tendant vers 1 il se réduit à celui de Bingham. Pour n différent de 1 et $\dot{\gamma} \ll \sqrt[1-n]{\frac{K}{\mu_\infty}}$, il se réduit à celui de Herschel-Bulkley. Par ailleurs, les boues étant thixotropes (Tixier et al. 2003, Tabuteau et al. 2006, Eshtiaghi et al. 2012, Trávníček and Junga 2014), la contrainte de cisaillement diminue lorsqu'un taux de cisaillement est imposé, ce qui veut également dire que les propriétés rhéologiques telles que le seuil diminuent. Ce dernier pourrait disparaître si le matériau était davantage cisailé. Pour (Baudez 2008), ce phénomène pourrait expliquer le passage du modèle de Herschel-Bulkley à celui de la loi de puissance. Cependant, peu de données évaluant l'effet de la thixotropie sur la modélisation du comportement rhéologique des boues résiduaires existent (Eshtiaghi et al. 2013) et cette évaluation ne fait pas encore consensus (Tabuteau et al. 2006). Or, la thixotropie est mentionnée dans plusieurs études comme étant une difficulté majeure pour la caractérisation rhéologique des boues (Seyssiecq et al. 2003, Tixier *et al.* 2003b, Eshtiaghi et al. 2013). L'amélioration des connaissances sur la thixotropie du matériau est alors d'une importance capitale pour modéliser les propriétés rhéologiques de celui-ci avec plus de précision.

Un modèle d'écoulement pertinent dépend donc des caractéristiques des boues et de la détermination précise de la courbe d'écoulement (Ratkovich et al. 2013) et de la plage de cisaillement considérée. Comme souvent décrit dans la littérature sur des matériaux non-Newtoniens (Roberts and Barnes 2001, Ahonguio et al. 2014), la détermination précise des propriétés rhéologiques implique l'adoption de procédures expérimentales prudentes et bien contrôlées pour garantir des résultats reproductibles. Cela est d'autant plus nécessaire que les boues résiduaires sont thixotropes.

Au-delà des précautions à adopter dans les mesures, du fait de la complexité et de la variabilité des boues, toutes les revues bibliographiques (Seyssiecq et al. 2003, Eshtiaghi et al. 2013, Ratkovich et al. 2013, Hong et al. 2018) s'accordent sur la nécessité de développer un protocole de laboratoire standardisé afin d'obtenir des données homogènes et de permettre aux chercheurs de comparer directement leurs résultats expérimentaux.

3.3 Evolution des paramètres rhéologiques avec les caractéristiques des boues

3.3.1 Influence de la teneur en matière solide et de sa composition

La teneur en matière solide a un fort impact sur les paramètres rhéologiques des boues résiduaires. Concernant le seuil d'écoulement, toutes les études s'accordent sur son augmentation avec la teneur en matière solide (TS). Cependant, différentes relations d'évolution peuvent être constatées. Pour de nombreux auteurs (Bhattacharya 1981, Sozanski et al. 1997, Forster 2002, Spinosa and Lotito 2003, Spinosa and Wichmann 2004, Mori et al. 2006), une relation exponentielle du type (34) est obtenue :

$$\tau_c = \alpha \cdot e^{n \cdot TS} \quad (34)$$

Pour d'autres (Baudez 2008, Baudez et al. 2011, Markis et al. 2014, 2016), la relation entre le seuil d'écoulement des boues et leur teneur en matière solide est une loi de puissance de type (35) :

$$\tau_c = \alpha \cdot (TS - TS_0)^n \quad (35)$$

Où α and n sont des paramètres du modèle.

L'équation (34) prédit une présence de seuil d'écoulement même pour une teneur en matière solide nulle, alors que le modèle (35) suggère l'absence de seuil en dessous d'une teneur en matière solide TS_0 . Cette dernière est considérée comme la teneur en matière solide critique en dessous de laquelle aucune structure n'est formée (Baudez 2008, Markis et al. 2016). De plus, en s'appuyant sur les origines physiques de présence du seuil d'écoulement, d'autres études ont montré, par théorie et par expérience sur différents matériaux, l'existence d'une teneur en solide en dessous de laquelle il ne peut y avoir présence d'un seuil (Flatt and Bowen 2006, 2007). Le modèle (35) s'avère donc plus pertinent que le modèle (34) car il apparait plus représentatif du sens physique du seuil d'écoulement.

Dans les travaux de Markis et al. (2014, 2016), la teneur en matière solide critique TS_0 est de l'ordre de 0,98 % et 1,85 % respectivement pour les boues biologiques et les boues primaires. Or, dans d'autres études (Moeller and Torres 1997, Barbot et al. 2010, Wang and Dentel 2010), aucun seuil n'est mesuré pour des teneurs en matière solide allant jusqu'à 3 %. Les boues résiduaires concernées par ces études sont issues de différents procédés de traitement, et, en comparant les données issues de ces études, il apparait que les paramètres α and n du modèle (35) varient selon la nature de la boue. Cela signifie que la présence d'un seuil d'écoulement et sa valeur sont très dépendantes de la composition et de la nature de la boue, comme certaines études le suggèrent (Battistoni *et al.* 1991, Battistoni 1997, Lotito *et al.* 1997, Forster 2002). De même, le facteur de consistance K du modèle d'Herschel-Bulkley (modifié ou non) augmente avec la teneur en matière solide de façon similaire au seuil d'écoulement (Lotito et al. 1997, Rosenberger *et al.* 2002, Mori et al. 2006, Markis et al. 2014, Lopez *et al.* 2015, Segalen et al. 2015). Cela suggère par ailleurs l'interdépendance entre le seuil et le facteur de consistance.

Cependant, seule la dépendance ou non de l'indice d'écoulement à la teneur en matière solide ne fait pas encore l'unanimité. En effet, tantôt il diminue avec la teneur en matière solide (Rosenberger et al. 2002, Mori et al. 2006, Mori et al. 2008, Yang et al. 2009), tantôt il est constant (Baudez and Coussot 2001, Baudez 2008, Jiang et al. 2014, Markis et al. 2014, Segalen et al. 2015). Cependant, beaucoup d'études (Baudez and Coussot 2001, Baudez et al. 2004, Baudez et al. 2011, Jiang et al. 2014, Markis et al. 2016) montrent qu'il est possible d'obtenir une courbe d'écoulement maîtresse pour toutes les teneurs en matière solide et différentes compositions dans le solide. Cette courbe maîtresse est obtenue par la réduction de la contrainte et du taux de cisaillement respectivement par une contrainte seuil et par un temps caractéristique qui est le rapport entre la viscosité infinie (appelée aussi viscosité de

Bingham ou viscosité limite dans d'autres études) et le seuil d'écoulement (Baudez et al. (2011). L'obtention de la courbe maîtresse par cette procédure implique que l'indice d'écoulement est une constante pour une large gamme de teneurs en matière solide et indique que les propriétés d'écoulement du matériau sont qualitativement similaires pour toutes les boues. Par conséquent, les propriétés complètes d'écoulement d'une boue donnée pourraient être déterminées par la seule connaissance de la contrainte seuil et du temps caractéristique.

La viscosité infinie représente les interactions hydrodynamiques entre la matière solide et le liquide environnant (Tixier et al. 2003, Baudez et al. 2011). A mesure que la teneur en matière solide augmente, le liquide environnant se confine dans un espace restreint, modifiant ainsi les interactions hydrodynamiques. La viscosité infinie est donc dépendante de la teneur en matière solide, comme le montrent toutes les études. La majorité d'entre elles (Tixier et al. 2003, Guibaud et al. 2004, Pevere et al. 2006, Pevere et al. 2009, Cao et al. 2016, Cao et al. 2018) montre que la viscosité infinie augmente avec la teneur en matière solide (TS) de façon exponentielle, avec un modèle de type :

$$\mu_{\infty} = \mu_0 \cdot e^{b \cdot TS} \quad (36)$$

Où μ_0 est la viscosité du liquide suspendant, b est un paramètre du modèle.

Aussi, comme la contrainte seuil d'écoulement, la viscosité infinie est également dépendante de la composition ou de la nature de la boue. Battistoni et al. (Battistoni et al. 1991, Battistoni et al. 1993, Battistoni 1997) ont montré une influence de l'origine, donc de la composition, de la boue résiduaire avec une tendance à l'augmentation de la viscosité infinie avec la matière organique. En outre, des études ont montré que la viscosité infinie diminue avec la digestion (Monteiro 1997, Guibaud et al. 2004, Dieude-Fauvel *et al.* 2014). Sachant que la digestion engendre une diminution de la matière organique, cela suppose donc que la diminution de la viscosité infinie est globalement liée à diminution de la matière organique.

3.3.2 Influence de la thixotropie

Comme rapporté précédemment, la thixotropie est un phénomène qui influe sur les propriétés rhéologiques des boues résiduaires. Cependant, les études montrent que seules les propriétés rhéologiques de type solide sont impactées (Baudez and Coussot 2001, Tabuteau et al. 2006). Ces propriétés de type solide sont impactées aussi bien par l'histoire mécanique que par le temps de repos. Elles diminuent avec l'histoire mécanique (Markis et al. 2014, Hammadi and Ponton 2017) et augmentent avec le temps de repos (Baudez and Coussot 2001, Markis et al. 2013). Cependant peu d'études proposent des modèles de corrélation entre les paramètres rhéologiques et les effets de la thixotropie. Les études menées à ce sujet ne sont que d'ordre qualitatif.

D'autre part, la thixotropie apparaît très différente d'un matériau à un autre. Cette différence semble être liée à la nature de la boue. En effet, les boues primaires (Markis et al. 2014) ou biologiques (Tabuteau et al. 2006, Baudez 2008) sont très thixotropes, alors que les boues digérées sont peu thixotropes (Battistoni et al. 1990, Baudez et al. 2013). Les boues primaires et biologiques sont celles dont la matière organique est la plus élevée comparées aux boues digérées. Or, différentes études ont montré que les effets de la thixotropie augmentent avec la matière organique (Battistoni et al. 1990, Battistoni et al. 1991, Battistoni et al. 1993, Battistoni 1997). Par conséquent, au-delà de la nature même de la boue, les effets de la thixotropie pourraient être liés à la matière organique.

4 Conclusion

Les boues résiduaires ont une composition complexe et variable selon leur origine et les procédés de traitement subis. Cependant leur comportement rhéologique est similaire à beaucoup de fluides non-Newtoniens dont les composantes sont bien définies. Ainsi, différents phénomènes affectant les propriétés rhéologiques du matériau peuvent être mieux interprétés en s'appuyant sur ces matériaux qui leur sont similaires. Cela a permis de considérer que la thixotropie observée sur les boues résiduaires est une résultante de deux phénomènes : la diminution du niveau de structuration sous cisaillement possiblement influencé par l'histoire mécanique du matériau et l'augmentation du niveau de structuration avec le temps lorsqu'on supprime le cisaillement. Par ailleurs, il a été montré que la thixotropie est globalement liée à la teneur en matière organique contenue dans la matière solide des boues résiduaires. Il a également été montré que la thixotropie a une influence au moins quantitative, et voire qualitative, sur les propriétés rhéologiques des boues résiduaires. Cependant, des études évaluant cette influence sont très limitées et ne prennent pas en compte la composition du matériau.

De plus, il a été clairement établi que les paramètres rhéologiques de type solide tels que la contrainte seuil ou le module élastique et ceux de type liquide tels que la viscosité infinie, sont impactés par la composition de la boue. Or, la teneur en matière solide est le critère de base pour évaluer le comportement rhéologique du matériau. Il apparaît donc plus pertinent de tenir en compte la composition dans cette évaluation. En ce qui concerne les paramètres rhéologiques de type solide, cela est d'autant plus nécessaire que la présence des caractéristiques solides est très dépendante de la nature de la boue, donc de sa composition.

D'autre part, les propriétés rhéologiques des boues résiduaires de nature différente sont qualitativement très similaires. En effet, l'intégralité des propriétés à l'écoulement du matériau peut être déterminée par le modèle modifié de Herschel-Bulkley (33). Cependant, même cette détermination qualitative nécessite des précautions particulières. Il a en effet été montré que différents artéfacts liés à la rhéométrie peuvent fausser la détermination, même qualitative, des propriétés rhéologiques. Parmi ces artéfacts, la présence ou non d'un glissement doit être systématiquement vérifiée par des essais au préalable.

Les perspectives découlant de cet état de l'art peuvent se résumer comme suit :

- Contrôler, voire supprimer, les principales problématiques affectant les mesures rhéologiques est essentiel pour fournir des mesures fiables et reproductibles.
- Maîtriser les phénomènes de thixotropie lors des mesures contribuerait à mieux comparer les résultats entre études. Evaluer leurs effets sur les propriétés rhéologiques s'avère nécessaire pour une caractérisation plus précise des boues.
- Tenir compte de la composition pour distinguer les propriétés rhéologiques entre boues dont les procédés de traitement sont différents du fait de l'insuffisance de la seule teneur en matière solide. La suite du mémoire s'articulera autour de ces perspectives.

5 Références bibliographiques

- Agarwal, S., T. X. Phuoc, Y. Soong, D. Martello and R. K. Gupta (2013). "Nanoparticle-stabilised invert emulsion drilling fluids for deep-hole drilling of oil and gas." *The Canadian Journal of Chemical Engineering* **91**(10): 1641-1649.
- Ahonguio, F., L. Jossic and A. Magnin (2014). "Influence of surface properties on the flow of a yield stress fluid around spheres." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **206**: 57-70.
- Ahuja, A. and A. Singh (2009). "Slip velocity of concentrated suspensions in Couette flow." *Journal of Rheology* **53**(6): 1461.
- Amorós, J. L., V. Sanz, S. Mestre and V. Beltrán (2002). "Kinetic study of concentrated clay suspension gelling by dynamic viscoelasticity measurements: effect of solids and deflocculant content." *British ceramic transactions* **101**(5): 194-199.
- Ancey, C. (2005). "Solving the Couette inverse problem using a wavelet-vaguelette decomposition." *Journal of Rheology* **49**(2): 441-460.
- Ayol, A., S. K. Dentel and A. Filibeli (2006). "Toward efficient sludge processing using novel rheological parameters: dynamic rheological testing." *Water Science & Technology* **54**(5): 17.
- Ballesta, P., R. Besseling, L. Isa, G. Petekidis and W. C. K. Poon (2008). "Slip and flow of hard-sphere colloidal glasses." *Physical Review Letters* **101**(25): 258301.
- Ballesta, P., G. Petekidis, L. Isa, W. C. K. Poon and R. Besseling (2012). "Wall slip and flow of concentrated hard-sphere colloidal suspensions." *Journal of Rheology* **56**(5): 1005-1037.
- Banfill, P. F. G. and D. C. Saunders (1981). "On the viscometric examination of cement pastes." *Cement and Concrete Research* **11**((3)): 363-370.
- Barbot, E., I. Seyssiecq, N. Roche and B. Marrot (2010). "Inhibition of activated sludge respiration by sodium azide addition: Effect on rheology and oxygen transfer." *Chemical Engineering Journal* **163**(3): 230-235.
- Barnes, H. A. (1995). "A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers: its cause, character, and cure." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **56**(3): 221-251.
- Barnes, H. A. (1997). "Thixotropy-a review 70, 1-33." *J. Non-Newtonian Fluid Mech* **70**: 1-33.
- Battistoni, P. (1997). "Pre-treatment, measurement execution procedure and waste characteristics in the rheology of sewage sludges and the digested organic fraction of municipal solid wastes." *Water Science and Technology* **36**(11): 33-41.
- Battistoni, P., G. Fava and M. L. Ruello (1990). "Rheology of sewage sludge (1): Development of a standardised methodology for rheological properties measurements." *Ingegneria Sanitaria* **2**: 10-19.

Battistoni, P., G. Fava, C. Stanzini, F. Cecchi and A. Bassetti (1993). "Feed characteristics and digester operative conditions as parameters affecting the rheology of digested municipal solid wastes." *Water Science and Technology* **27**(2): 37-45.

Battistoni, P., G. Pava, F. Cecchi and P. Pavan (1991). "Rheology of sludge from semi-dry anaerobic digestion of municipal solid waste." *Environmental Technology* **12**(10): 897-905.

Baudez, J.-C. and P. Coussot (2001). "Rheology of aging, concentrated, polymeric suspensions: Application to pasty sewage sludges." *Journal of Rheology* **45**(5): 11-23.

Baudez, J. C. (2001). "Rhéologie et physico-chimie des boues résiduaires pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage." THESE à l'Ecole nationale du génie rural, des eaux et des forêts.

Baudez, J. C. (2006). "About peak and loop in sludge rheograms." *J Environ Manage* **78**(3): 232-239.

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

Baudez, J. C., A. Ayol and P. Coussot (2004). "Practical determination of the rheological behavior of pasty biosolids." *J Environ Manage* **72**(3): 181-188.

Baudez, J. C. and P. Coussot (2004). "Abrupt transition from viscoelastic solidlike to liquidlike behavior in jammed materials." *Phys Rev Lett* **93**(12): 128302.

Baudez, J. C., R. K. Gupta, N. Eshtiaghi and P. Slatter (2013). "The viscoelastic behaviour of raw and anaerobic digested sludge: strong similarities with soft-glassy materials." *Water Res* **47**(1): 173-180.

Baudez, J. C., F. Markis, N. Eshtiaghi and P. Slatter (2011). "The rheological behaviour of anaerobic digested sludge." *Water Res* **45**(17): 5675-5680.

Becker, V., E. Schlauch, M. Behr and H. Briesen (2009). "Restructuring of colloidal aggregates in shear flows and limitations of the free-draining approximation." *J Colloid Interface Sci* **339**(2): 362-372.

Bécu, L., S. Manneville and A. Colin (2006). "Yielding and flow in adhesive and nonadhesive concentrated emulsions." *Physical review letters* **96**(13): 138302.

Bellalta, P., E. Troncoso, R. N. Zúñiga and J. M. Aguilera (2012). "Rheological and microstructural characterization of WPI-stabilized O/W emulsions exhibiting time-dependent flow behavior." *LWT - Food Science and Technology* **46**(2): 375-381.

Bertola, V., F. Bertrand, H. Tabuteau, D. Bonn and P. Coussot (2003). "Wall slip and yielding in pasty materials." *Journal of Rheology* **47**(5): 1211.

Bhattacharya, S. N. (1981). "Flow characteristics of primary and digested sewage sludge." *Rheol. Acta*.

Bingham, E. C. (1922). "Fluidity and plasticity (Vol. 2)." McGraw-Hill Book Compny, Incorporated.

Bouyer, D., C. Coufort, A. Line and Z. Do-Quang (2005). "Experimental analysis of floc size distributions in a 1-L jar under different hydrodynamics and physicochemical conditions." *J Colloid Interface Sci* **292**(2): 413-428.

Bubakova, P., M. Pivokonsky and P. Filip (2013). "Effect of shear rate on aggregate size and structure in the process of aggregation and at steady state." *Powder Technology* **235**: 540-549.

Campbell, H. W. and P. J. Crescuolo (1982). "Use of rheology for sludge characterization." *Water Science and Technology* **14** (6): 475-489.

Cao, X., K. Jiang, X. Wang and G. Xu (2018). "Effect of total suspended solids and various treatment on rheological characteristics of municipal sludge." *Research on Chemical Intermediates*.

Cao, X., Z. Jiang, W. Cui, Y. Wang and P. Yang (2016). "Rheological Properties of Municipal Sewage Sludge: Dependency on Solid Concentration and Temperature." *Procedia Environmental Sciences* **31**: 113-121.

Chaffey, C. E. (1977). "Mechanisms and equations for shear thinning and thickening in dispersions., ." *Colloid and Polymer Science* **255(7)**: 691-698.

Cohen-Addad, S., R. Höhler and O. Pitois (2013). "Flow in Foams and Flowing Foams." *Annual Review of Fluid Mechanics* **45(1)**: 241-267.

Coleman, B. D., H. Markovitz and W. Noll (1966). "Viscometric Flows of Non-Newtonian Fluids: Theory and Experiment." *Springer Tracts in Natural Philosophy* **5**.

Couarraze, G. and J. L. Grossiord (1983). *Initiation à la rhéologie. Technique et Documentation Lavoisier*.

Coussot, P. (2005). *Rheometry of pastes, suspensions, and granular materials: applications in industry and environment*, John Wiley & Sons.

Coussot, P. (2012). *Rhéophysique la matière dans tous ses Etats*, EDP sciences.

Coussot, P. (2014). "Yield stress fluid flows: A review of experimental data." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **211**: 31-49.

Coussot, P., Q. D. NGUYEN and H. T. HUYNH, et al. (2002). "Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids. ." *Journal of Rheology* **46**: 573-589.

Coussot, P. and G. Ovarlez (2010). "Physical origin of shear-banding in jammed systems." *The European Physical Journal E* **33(3)**: 183-188.

Cox, W. P. and E. H. Merz (1958). "Correlation of dynamic and steady flow viscosities." *Journal of Polymer Science* **28(118)**: 619-622.

De Larrard, F., C. F. Ferraris and T. Sedran (1998). "Fresh concrete: a Herschel-Bulkley material." *Materials and Structures* **31(7)**: 494-498.

de Oliveira, I. S., W. K. den Otter and W. J. Briels (2012). "The origin of flow-induced alignment of spherical colloids in shear-thinning viscoelastic fluids." *The Journal of chemical physics* **137(20)**: 204908.

Derjaguin, B. V. (1987). "Some results from 50 years' research on surface forces." In *Surface Forces and Surfactant Systems*. Steinkopff **17-30**.

Dieude-Fauvel, E., P. Heritier, M. Chanet, R. Girault, D. Pastorelli, E. Guibelin and J. C. Baudez (2014). "Modelling the rheological properties of sludge during anaerobic digestion in a batch reactor by using electrical measurements." *Water Res* **51**: 104-112.

Divoux, T., V. Lapeyre, V. Ravaine and S. Manneville (2015). " Wall slip across the jamming transition of soft thermoresponsive particles." *Physical Review* **92**: 060301.

Douglas, M. and G. Considine (1976). *Van Nostrand's scientific encyclopedia*. V. N. R. Compagny.

Eshtiaghi, N., F. Markis, J. C. Baudez and P. Slatter (2013b). "Proxy model materials to simulate the elastic properties of digested municipal sludge." *Water Res* **47**(15): 5557-5563.

Eshtiaghi, N., F. Markis, S. D. Yap, J. C. Baudez and P. Slatter (2013). "Rheological characterisation of municipal sludge: a review." *Water Res* **47**(15): 5493-5510.

Eshtiaghi, N., S. D. Yap, F. Markis, J. C. Baudez and P. Slatter (2012). "Clear model fluids to emulate the rheological properties of thickened digested sludge." *Water Res* **46**(9): 3014-3022.

Fall, A., F. Bertrand, G. Ovarlez and D. Y. s. a. s. b. i. g. s. Bonn, 103(17), 178301. (2009). "yield stress and shear banding." *Physical Review Letters* **103**: 178301.

Farno, E., J. C. Baudez, R. Parthasarathy and N. Eshtiaghi (2016). "The viscoelastic characterisation of thermally-treated waste activated sludge." *Chemical Engineering Journal* **304**: 362-368.

Flatt, R. J. and P. Bowen (2006). "Yodel: A Yield Stress Model for Suspensions." *Journal of the American Ceramic Society* **89**(4): 1244-1256.

Flatt, R. J. and P. Bowen (2007). "Yield Stress of Multimodal Powder Suspensions: An Extension of the YODEL (Yield Stress mODEL)." *Journal of the American Ceramic Society* **90**(4): 1038-1044.

Forster, C. F. (2002). "The rheological and physico-chemical characteristics of sewage sludges." *Enzyme and Microbial Technology* **30**: 340-345.

Garakani, A. K., N. Mostoufi, F. Sadeghi, H. Fatourehchi, M. Sarrafzadeh and M. Mehrnia (2011). "Comparison between different models for rheological characterization of activated sludge." *Journal of Environmental Health Science & Engineering* **8**(3): 255-264.

García, M. C., M. C. Alfaro and J. Muñoz (2015). "Yield stress and onset of nonlinear time-dependent rheological behaviour of gellan fluid gels." *Journal of Food Engineering* **159**: 42-47.

Ghosh, S., D. van den Ende, F. Mugele and M. H. G. Duits (2016). "Apparent wall-slip of colloidal hard-sphere suspensions in microchannel flow." *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* **491**: 50-56.

Giacomin, A. J. and J. M. Dealy (1993). "Large-amplitude oscillatory shear. In *Techniques in rheological measurement*." Springer: 99-121.

Gregory, J. (1970). "The calculation of Hamaker constants." *Advances in Colloid and Interface Science* **2**(4): 396-417.

Guibaud, G., P. Dollet, N. Tixier, C. Dagot and M. Baudu (2004). "Characterisation of the evolution of activated sludges using rheological measurements." *Process Biochemistry* **39**(11): 1803-1810.

Hafid, H., G. Ovarlez, F. Toussaint, P. H. Jezequel and N. Roussel (2015). "Assessment of potential concrete and mortar rheometry artifacts using magnetic resonance imaging." *Cement and Concrete Research* **71**: 29-35.

Hafid, H., G. Ovarlez, F. Toussaint, P. H. Jezequel and N. Roussel (2016). "Effect of particle morphological parameters on sand grains packing properties and rheology of model mortars." *Cement and Concrete Research* **80**: 44-51.

Hammadi, L. and A. Ponton (2017). "Rheological Investigation of Vase of Dam: Effects of Aging Time, Shear Rate, and Temperature." *Applied Rheology* **27**(1).

Herschel, W. H. and R. Bulkley (1926). "Measurement of consistency as applied to rubber-benzene solutions." In *Am. Soc. Test Proc* **26** (2): 621-633.

Hong, E., A. M. Yeneneh, T. K. Sen, H. M. Ang and A. Kayaalp (2018). "A comprehensive review on rheological studies of sludge from various sections of municipal wastewater treatment plants for enhancement of process performance." *Advances in Colloid and Interface Science* **257**: 19-30.

Huang, S.-x. and C.-j. Lu (2006). "The thixotropy-loop behaviors of an LDPE melt: Experiment and simple analysis." *Journal of Hydrodynamics, Ser. B* **18**(6): 666-675.

Jeffery, G. B. (1922). "The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid." *Proc. R. Soc. Lond. A* **102**(715): 161-179.

Jiang, J., J. Wu, S. Poncin and H. Z. Li (2014). "Rheological characteristics of highly concentrated anaerobic digested sludge." *Biochemical Engineering Journal* **86**: 57-61.

Khalkhal, F. and P. J. Carreau (2012). "Critical shear rates and structure build-up at rest in MWCNT suspensions." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **171-172**: 56-66.

Kulicke, W. M. and R. S. Porter (1980). "Relation between steady shear flow and dynamic rheology." *Rheologica Acta* **19**: 601-605.

Laera, G., C. Giordano, A. Pollice, D. Saturno and G. Mininni (2007). "Membrane bioreactor sludge rheology at different solid retention times." *Water Res* **41**(18): 4197-4203.

Li, T., Z. Zhu, D. Wang, C. Yao and H. Tang (2006). "Characterization of floc size, strength and structure under various coagulation mechanisms." *Powder Technology* **168**(2): 104-110.

Li, Y., H. Bi and S. Shen (2011). "Thixotropy of Aqueous Suspensions Containing Mg-Al Hydrotalcite-like Compound and Low-substituted Cationic Starch: Comparison between Oscillatory Shear and Thixotropic Loop Measurements." *Chinese Journal of Chemistry*, **29**(6): 1101-1106.

Li, Y., Y. Zhang, J. Zheng, H. Guo, C. Yang, Z. Li and M. Lu (2014). "Dispersion and rheological properties of concentrated kaolin suspensions with polycarboxylate copolymers bearing comb-like side chains." *Journal of the European Ceramic Society* **34**(1): 137-146.

Lopez, J., A. Moreau, J. A. Gil, J. H. J. M. van der Graaf, J. B. van Lier and N. Ratkovich (2015). "MBR activated sludge viscosity measurement using the Delft filtration characterization method." *Journal of Water Process Engineering* **5**: 35-41.

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

Mahaut, F., X. Chateau, P. Coussot and G. Ovarlez (2008). "Yield stress and elastic modulus of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids." *Journal of Rheology* **52**(1): 287-313.

Mahaut, F., G. Ovarlez and P. Coussot (2007). "Suspension de particules dans un fluide à seuil: approche expérimentale." 18ème Congrès Français de Mécanique (Grenoble 2007).

Mangesana, N., R. S. Chikuku, A. N. Mainza, Govender, I., , A. P. Van der Westhuizen and M. Narashima (2008). "The effect of particle sizes and solids concentration on the rheology of silica sand based suspensions." *Journal-South African Institute Of Mining And Metallurgy* **108**(4): 237.

Manneville, S. (2008). "Recent experimental probes of shear banding." *Rheologica Acta* **47**(3): 301-318.

Markis, F., J.-C. Baudez, R. Parthasarathy, P. Slatter and N. Eshtiaghi (2014). "Rheological characterisation of primary and secondary sludge: Impact of solids concentration." *Chemical Engineering Journal* **253**: 526-537.

Markis, F., J.-C. Baudez, R. Parthasarathy, P. Slatter and N. Eshtiaghi (2016). "The apparent viscosity and yield stress of mixtures of primary and secondary sludge: Impact of volume fraction of secondary sludge and total solids concentration." *Chemical Engineering Journal* **288**: 577-587.

Markis, F., K. Hii, R. Parthasarathy, J.-C. Baudez, P. Slatter and N. Eshtiaghi (2013). "Rheological Characterisation of blends of Primary and Secondary Sludge." *Chemical Engineering Journal*.

Masschaele, K., J. Fransaeer and J. Vermant (2011). "Flow-induced structure in colloidal gels: direct visualization of model 2D suspensions." *Soft Matter* **7**(17): 7717.

Meeker, S. P., R. T. Bonnecaze and M. Cloitre (2004). "Slip and flow in pastes of soft particles: Direct observation and rheology." *Journal of Rheology* **48**(6): 1295-1320.

Mewis, J. (1979). "Thixotropy-a general review." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **6**(1): 1-20.

Mewis, J. and N. J. Wagner (2009). "Thixotropy." *Advances in Colloid and Interface Science* **147-148**: 214-227.

Mikkelsen, L. H. (2001). "The shear sensitivity of activated sludge: relations to filterability, rheology and surface chemistry." *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* **182**(1): 1-14.

Moeller, G. and L. G. Torres (1997). "Rheological characterization of primary and secondary sludges treated by both aerobic and anaerobic digestion." *Bioresource Technology* **61**(3): 207-211.

Moller, P. C., S. Rodts, M. A. Michels and D. Bonn (2008). "Shear banding and yield stress in soft glassy materials." *Phys Rev E Stat Nonlin Soft Matter Phys* **77**(4 Pt 1): 041507.

Monteiro, P. S. (1997). "The influence of the anaerobic digestion process on the sewage sludges rheological behaviour." *Water Science and Technology*, **36**(11): 61-67.

Moretto, C., T. C. Castellane, E. M. Lopes, W. P. Omori, L. P. Sacco and E. G. Lemos (2015). "Chemical and rheological properties of exopolysaccharides produced by four isolates of rhizobia." *Int J Biol Macromol* **81**: 291-298.

Mori, M., J. Isaac, I. Seyssiecq and N. Roche (2008). "Effect of measuring geometries and of exocellular polymeric substances on the rheological behaviour of sewage sludge." *Chemical Engineering Research and Design* **86**(6): 554-559.

Mori, M., I. Seyssiecq and N. Roche (2006). "Rheological measurements of sewage sludge for various solids concentrations and geometry." *Process Biochemistry* **41**(7): 1656-1662.

Mouzaoui, M., J. C. Baudez, M. Sauceau and P. Arlabosse (2018). "Experimental rheological procedure adapted to pasty dewatered sludge up to 45 % dry matter." *Water Research* **133**: 1-7.

Mutl, S., P. Polasek, M. Pivokonsky and O. Kloucek (2006). "The influence of G and T on the course of aggregation in treatment of medium polluted surface water." *Water Science and Technology* **6**: 39–48.

Novak, I., I. Krupa and I. Chodák (2003). "Analysis of correlation between percolation concentration and elongation at break in filled electroconductive epoxy-based adhesives." *European polymer journal* **39**(3): 585-592.

Oles, V. (1992). "Shear-induced aggregation and breakup of polystyrene latex particles." *Journal of Colloid and Interface Science* **154**(2): 351-358.

Ovarlez, G. and X. Chateau (2008). "Influence of shear stress applied during flow stoppage and rest period on the mechanical properties of thixotropic suspensions." *Physical Review E* **77**(6): 061403.

Ovarlez, G. and P. Coussot (2007). "Physical age of soft-jammed systems." *Physical Review E* **76**(1).

Ovarlez, G., F. Mahaut, S. Deboeuf, N. Lenoir, S. Hormozi and X. Chateau (2015). "Flows of suspensions of particles in yield stress fluids." *Journal of Rheology* **59**(6): 1449-1486.

Ovarlez, G., S. Rodts, X. Chateau and P. Coussot (2009). "Phenomenology and physical origin of shear localization and shear banding in complex fluids." *Rheologica acta* **48**(8): 831-844.

Pevere, A., G. Guibaud, E. Goin, E. van Hullebusch and P. Lens (2009). "Effects of physico-chemical factors on the viscosity evolution of anaerobic granular sludge." *Biochemical Engineering Journal* **43**(3): 231-238.

Pevere, A., G. Guibaud, E. van Hullebusch, P. Lens and M. Baudu (2006). "Viscosity evolution of anaerobic granular sludge." *Biochemical Engineering Journal* **27**(3): 315-322.

Poumaere, A., M. Moyers-González, C. Castelain and T. Burghelea (2014). "Unsteady laminar flows of a Carbopol® gel in the presence of wall slip." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **205**: 28-40.

Quemada, D. (2008). "Aging, rejuvenation and thixotropy in complex fluids. Time-dependence of the viscosity at rest and under constant shear rate or shear stress." arXiv preprint arXiv:0808.3355.

- Ratkovich, N., W. Horn, F. P. Helmus, S. Rosenberger, W. Naessens, I. Nopens and T. R. Bentzen (2013). "Activated sludge rheology: a critical review on data collection and modelling." *Water Res* **47**(2): 463-482.
- Roberts, G. P. and H. A. Barnes (2001). "New measurements of the flow-curves for Carbopol dispersions without slip artefacts." *Rheologica Acta* **40**(5): 499-503.
- Rosenberger, R., K. Kubin and M. Kraume (2002). "Rheology of activated sludge in membrane bioreactors." *Engineering in Life Sciences* **2** (9): 269-275.
- Roussel, N. (2006). "A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and applications." *Cement and Concrete Research* **36**(10): 1797-1806.
- Saak, A. W., H. M. Jennings and S. P. Shah (2001). "The influence of wall slip on yield stress and viscoelastic measurements of cement paste." *Cement and concrete research* **31**(2): 205-212.
- Sanin, D. F. (2002). "Effect of solution physical chemistry on the rheological properties of activated sludge." *Water Sa* **28**(2): 207-212.
- Segalen, C., E. Dieude-Fauvel and J. C. Baudez (2015). "Electrical and rheological properties of sewage sludge--Impact of the solid content." *Water Res* **82**: 25-36.
- Ségalen, C., E. Dieudé-Fauvel, J. Clément and J. C. Baudez (2015b). "Relationship between electrical and rheological properties of sewage sludge – Impact of temperature." *Water Research* **73**: 1-8.
- Seth, J. R., M. Cloitre and R. T. Bonnecaze (2008). "Influence of short-range forces on wall-slip in microgel pastes." *Journal of Rheology* **52**(5): 1241-1268.
- Seysiecq, I., J.-H. Ferrasse and N. Roche (2003). "State-of-the-art: rheological characterisation of wastewater treatment sludge." *Biochemical Engineering Journal* **16**(1): 41-56.
- Shikinaka, K., K. Kaneda, S. Mori, T. Maki, H. Masunaga, Y. Osada and K. Shigehara (2014). "Direct evidence for structural transition promoting shear thinning in cylindrical colloid assemblies." *Small* **10**(9): 1813-1820.
- Slatter, P. (1997). "The Rheological Characterisation Of Sludges." *Water Sci Technol* **36**: 9-18.
- Sozanski, M. M., E. S. Kempa, K. Grocholski and J. Bien (1997). "The rheological experiment in sludge properties research." *Water Science and Technology* **36**: 69-78.
- Spicer, P. T. and S. E. Pratsinis (1996). "Shear-induced flocculation: the evolution of floc structure and the shape of the size distribution at steady state." *Water Research* **30**(5): 1049-1056.
- Spinosa, L. and V. Lotito (2003). "A simple method for evaluating sludge yield stress." *Advances in Environmental Research* **7**(3): 655-659.
- Spinosa, L. and K. Wichmann (2004). "Sludge characterization: the rôle of physical consistency." *Water Science and Technology* **49**(): 59-65.
- Steffe, J. F. (1996). "Introduction to rheology. ." *Rheological methods in food process engineering* **2**: 1-93.
- Steffe, J. F. (1996). *Rheological methods in food process engineering*.

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

Tabuteau, H., P. Coussot and J. C. Baudez (2006). "a new approach to the thixotropic behaviour of sewage sludge." *Journal of Residuals Science and Technology* **3**(4): 233-240.

Tanner, P. A. (1988). "Luminescence and radiative decay of Er³⁺ in Cs₂NaErCl₆." *Molecular Physics* **63**(3): 365-385.

Tixier, N., G. Guibaud and M. Baudu (2003). "Determination of some rheological parameters for the characterization of activated sludge." *Bioresource Technology* **90**(2): 215-220.

Tixier, N., G. Guibaud and M. Baudu (2003b). "Towards a rheological parameter for activated sludge bulking characterisation." *Enzyme and Microbial Technology* **33**(2-3): 292-298.

Trávníček, P. and P. Junga (2014). "Thixotropic behaviour of thickened sewage sludge." *Journal of Environmental Health Science and Engineering*, **12**(1): 1.

Veerman, C., H. Ruis, L. M. Sagis and E. van der Linden (2002). "Effect of electrostatic interactions on the percolation concentration of fibrillar β -lactoglobulin gels." *Biomacromolecules* **3**(4): 869-873.

Viasnoff, V. and F. Lequeux (2002). "Rejuvenation and overaging in a colloidal glass under shear." *Physical review letters* **89**(6): 065701.

Wagner, N. J. and J. F. Brady (2009). "Shear thickening in colloidal dispersions." *Physics Today* **62**(10): 27-32.

Walls, H. J., S. B. Caines, A. M. Sanchez and S. A. Khan (2003). "Yield stress and wall slip phenomena in colloidal silica gels." *Journal of Rheology* **47**(4): 847.

Wang, Y. L. and S. K. Dentel (2010). "The effect of high speed mixing and polymer dosing rates on the geometric and rheological characteristics of conditioned anaerobic digested sludge (ADS)." *Water Res* **44**(20): 6041-6052.

Wyss, H. M., K. Miyazaki, J. Mattsson, Z. Hu, D. R. Reichman and D. A. Weitz (2007). "Strain-Rate Frequency Superposition: A Rheological Probe of Structural Relaxation in Soft Materials." *Physical Review Letters* **98**(23).

Xia, M., Z. Wang, Z. Wu, X. Wang, Z. Zhou and J. Lu (2009). "Simulation and assessment of sludge concentration and rheology in the process of waste activated sludge treatment." *Journal of Environmental Sciences* **21**(12): 1639-1645.

Yang, F., A. Bick, S. Shandalov, A. Brenner and G. Oron (2009). "Yield stress and rheological characteristics of activated sludge in an airlift membrane bioreactor." *Journal of Membrane Science* **334**(1-2): 83-90.

Yoon, J. S. and C. S. El Mohtar (2012). "Time dependent rheological behavior of modified bentonite suspensions. ." *Proceedings of GeoCongress*: 1195-1204.

Chapitre 3 : Définition d'une procédure expérimentale pour assurer la reproductibilité des mesures rhéologiques sur les boues résiduaire

1 Introduction

Comme rapporté dans le chapitre bibliographique, différents artefacts pouvant affecter les mesures sont fréquemment rencontrés en rhéométrie. Dans ce chapitre, une de ces problématiques majeures, à savoir le glissement, a d'abord été revisitée. Puis, nous nous sommes focalisés sur d'autres phénomènes pouvant perturber les mesures rhéologiques tels que le réglage de l'outil de mesure ou la procédure de mise en place de l'échantillon avant l'acquisition des mesures. Cela a permis de comprendre que les perturbations des mesures sont à la fois liées aux caractéristiques de l'outil utilisé, à la procédure expérimentale et à la nature même du matériau.

2 Matériels et méthodes

Des boues déshydratées, d'une teneur massique en matière solide de 18 %, ont été prélevées dans une station d'épuration puis stockées pendant plusieurs semaines avant réutilisation, ceci afin d'assurer une stabilisation suffisante du matériau. Cette stabilisation permet de négliger l'évolution biologique sur plusieurs jours et de supposer que les boues sont stables, avec des caractéristiques constantes sur une semaine, assurant ainsi une bonne reproductibilité des résultats.

Un second avantage au stockage préalable est la transformation physique induite par l'activité biologique. Les boues se transforment en une sorte de matériau gélifié homogène, sans floccs visibles : cette structure de type gel permet l'utilisation d'un entrefer étroit et facilite le calcul du taux de cisaillement et de la contrainte de cisaillement.

A partir de la boue « mère », plusieurs dilutions à des teneurs en matière solide différentes ont été préparées puis stockées pendant 24h supplémentaires pour assurer une hydratation complète. Leurs teneurs en matière solide moyennes sont reportées dans le Tableau 1.

Echantillons dilués								
TS (%)	Moyenne	4,16	5,75	8,35	9,18	10,05	11,04	11,68
	Erreur	0,017	0,023	0,001	0,021	0,004	0,019	0,025

Tableau 1: Teneurs en matière solide (TS) des échantillons dilués.

Un matériau modèle à base de Carbopol[®] (gel de coiffure commercial) non-thixotrope (Piau 2007, Ovarlez *et al.* 2013) (voir description dans le Tableau 2) a été également utilisé pour vérifier si les écarts de résultats observés peuvent être imputés au matériau, au rhéomètre ou à la procédure expérimentale utilisée.

Préalablement à chaque mesure, une stabilisation en température à 20 °C ($\pm 0,1$ °C) a été réalisée pendant une période de 5 minutes de façon à s'assurer de l'homogénéité thermique des échantillons.

Un rhéomètre Kinexus Pro à déformation contrôlée (marque Malvern) équipé d'une géométrie Couette (cylindre intérieur : \varnothing 34 mm, cylindre extérieur : \varnothing 36.2mm, longueur : 70 mm) a été utilisé pour la

caractérisation rhéologique. L'entrefer entre le cylindre intérieur (rotor) et le cylindre extérieur est donc de 1,1 mm. La gamme de précision du dispositif est reportée sur la Figure 21.

Trois rugosités surfaciques différentes du cylindre extérieur ont été utilisées : lisse, sablé (rugosité de l'ordre de 60 μm) et striée (rugosité de 150 μm). La rugosité du cylindre du rotor est fixée à 150 μm .

La procédure expérimentale a consisté à appliquer une rampe de cisaillement croissante de 0,1 s^{-1} à 500 s^{-1} . Malgré ses faiblesses, parmi lesquelles l'impact négatif de l'inertie (Baudez 2006), la rampe en taux de cisaillement croissante a été spécifiquement choisie ici pour mettre en évidence comment le protocole expérimental peut affecter les résultats finaux. Ces résultats ont été comparés au comportement à l'état stationnaire, déterminé en appliquant des étapes de taux de cisaillement constant d'intensités croissantes, jusqu'à ce qu'une contrainte constante soit atteinte. Dans les deux cas, la force normale a été mesurée en continu pour évaluer sa possible influence sur la courbe d'écoulement.

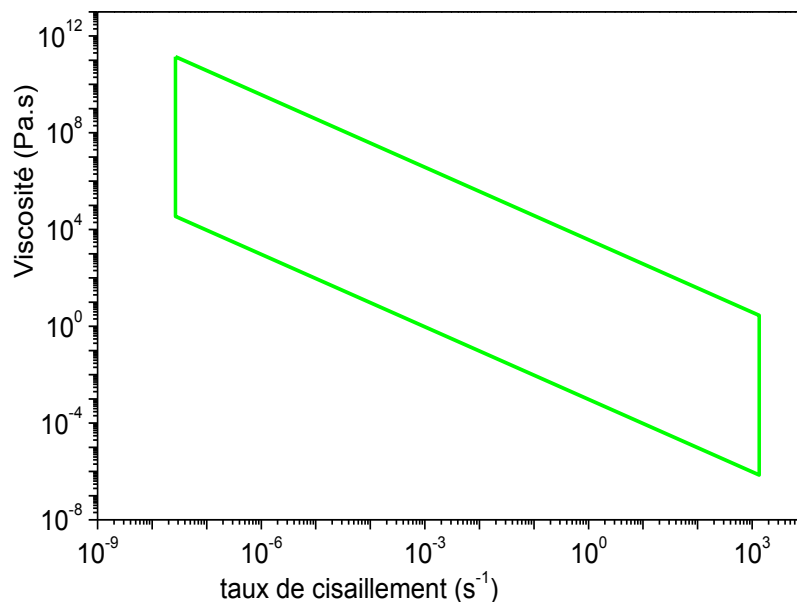


Figure 21 : Gamme de mesure avec le Kinexus Pro équipé de la géométrie cylindres coaxiaux dont les diamètres des cylindres interne et externe sont respectivement 34 mm et 36,2 mm (données fournies par le constructeur).

Les mesures ont été effectuées en triple pour évaluer la reproductibilité.

L'impact du volume de l'échantillon et de la hauteur entre la base du rotor et le fond du stator (appelée par la suite profondeur du rotor par commodité) sur la courbe d'écoulement a d'abord été évalué avec le gel pour garantir que les différences de résultats proviennent uniquement de la configuration expérimentale. Le Tableau 2 résume les configurations expérimentales.

Ensuite, pour un volume d'échantillon et une profondeur du rotor donnés, l'impact de la durée de la rampe a été étudié en la faisant varier de 2 à 20 minutes.

Pour des conditions expérimentales spécifiques, et explicitées par la suite, l'impact de l'histoire mécanique sur la courbe d'écoulement a été évalué à la fois sur des boues diluées et concentrées. Les

différentes histoires mécaniques ont été obtenues en faisant varier le précisaillement de 200 à 2000 s⁻¹ et sa durée, de 5 à 30 minutes.

Enfin, pour trois histoires mécaniques différentes, la cinétique de restructuration au repos a été analysée en appliquant une déformation oscillatoire de 0,1 % à une fréquence de 1 Hz, et en enregistrant l'évolution du module élastique en fonction du temps.

Configurations	Profondeur du rotor (mm)	Volume d'échantillon (ml)	Durée de la rampe (min)
(1)	11	19,98	2
	10		
	9		
	8		
	7		
	6		
	5		
	4		
	3		
	2		
	0,5		
(2)	5	16,04	2
		17,71	
		19,98	
		22,73	
		24,6	
		26,37	

Tableau 2 : Configurations expérimentales pour le gel commercial (nom complet du gel : Vivelle DOP Gel coiffant fixation extra-forte force 7).

3 Résultats et discussion

3.1 Impact de la configuration expérimentale

Même avec un matériau modèle comme le gel, les mesures expérimentales sont influencées par la profondeur du rotor ou le volume d'échantillon (Figure 22). En effet, plus la profondeur du rotor est importante, plus le niveau de contrainte de cisaillement est élevé. Une tendance similaire est observée avec le volume d'échantillon à une profondeur du rotor donnée. En considérant un taux de cisaillement de référence, un facteur correctif est obtenu dans chaque cas en réduisant le niveau de contrainte à celui correspondant à une hauteur de 5 mm ou à celui correspondant à un volume d'échantillon de 20 ml (Figure 23). En appliquant le même facteur correctif à tous les niveaux de contrainte correspondant à une profondeur du rotor (Figure 23a) ou à un volume d'échantillon (Figure 23b), toutes les courbes

d'écoulement se superposent (Figure 24). Par ailleurs, le facteur correctif dans les deux cas apparaît être linéairement lié à la force normale (Figure 25).

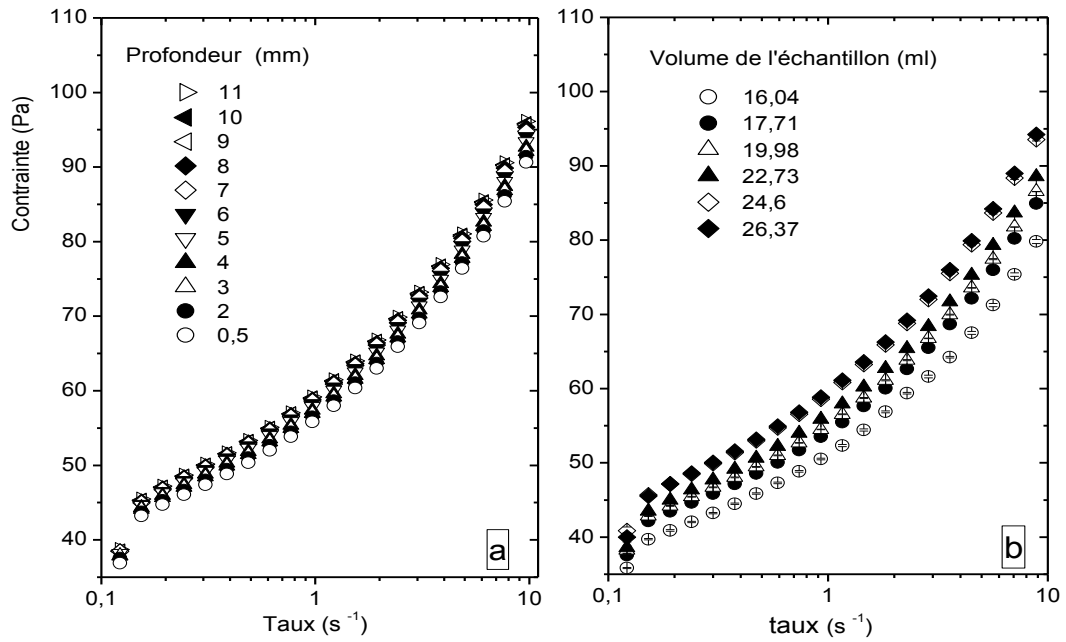


Figure 22 : Courbes d'écoulement du gel selon la profondeur du rotor (a) ou le volume de l'échantillon (b). Les échantillons ont une teneur en matière solide massique moyenne de 4,56 %.

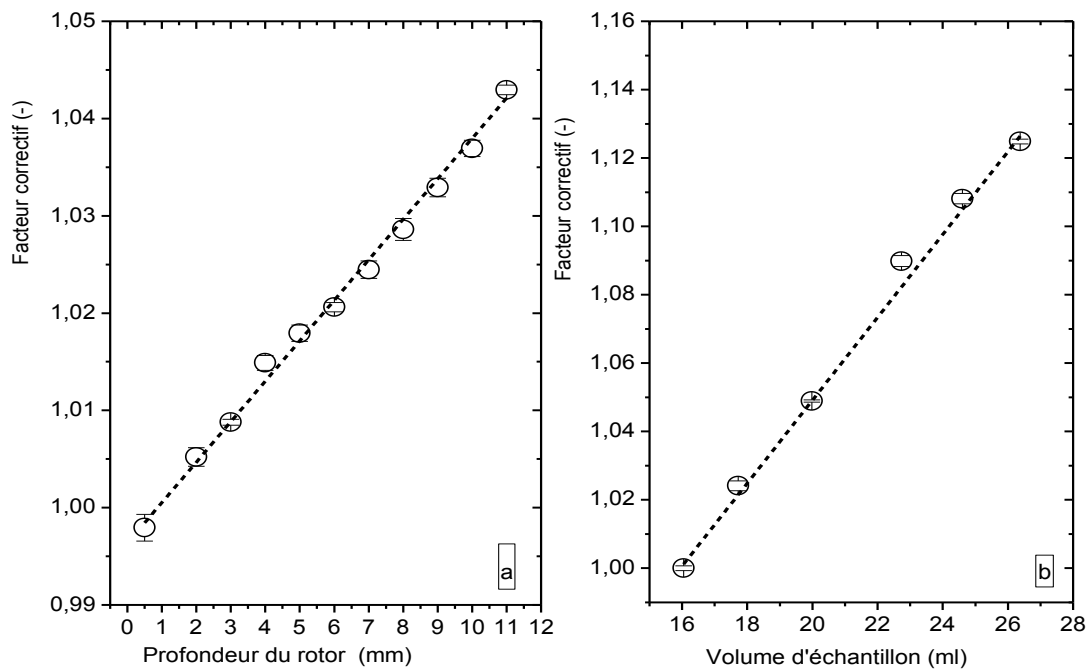


Figure 23 : Facteur de correction de la contrainte de cisaillement en fonction de la profondeur du rotor (a) ou du volume de l'échantillon (b).

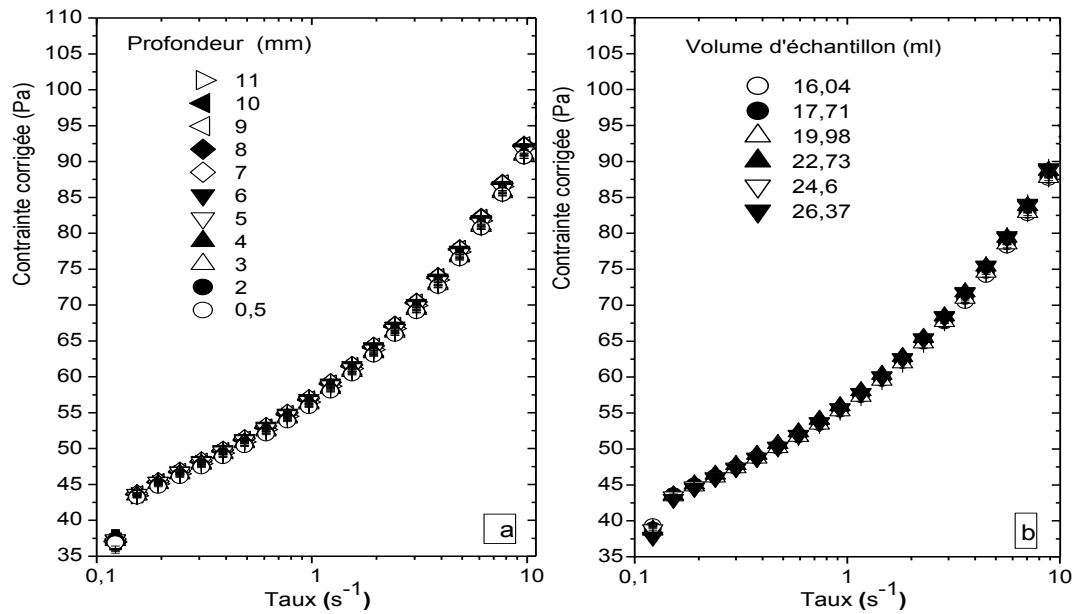


Figure 24 : Courbes d'écoulement du gel après correction de la contrainte de cisaillement. La contrainte de cisaillement est corrigée par le facteur de correction de profondeur du rotor (a) ou par le facteur de correction du volume d'échantillon (b).

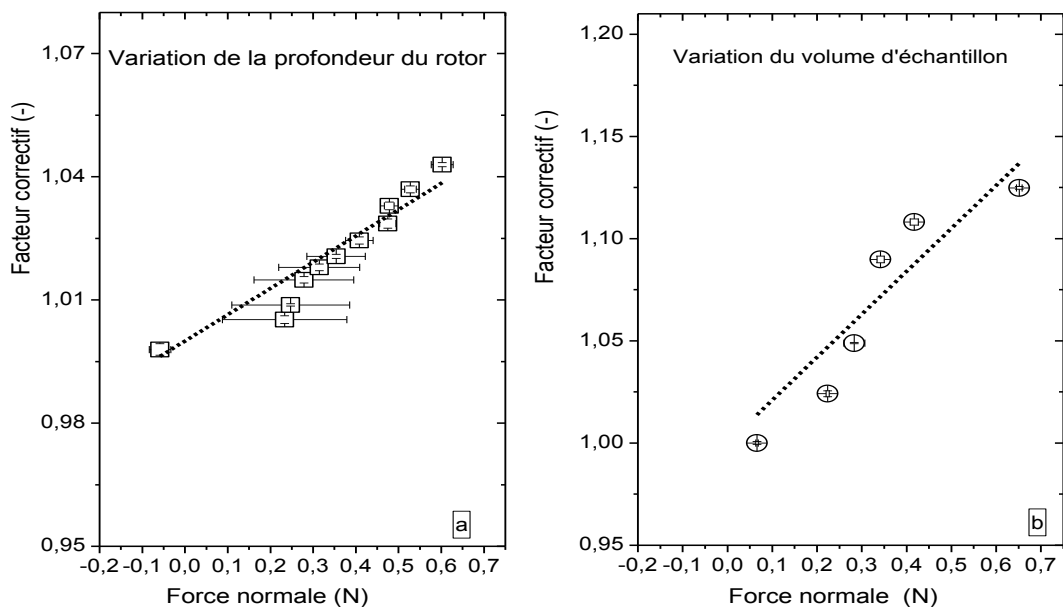


Figure 25 : Facteur de correction de la contrainte de cisaillement en fonction de la force normale de la profondeur du rotor (a) ou des variations du volume d'échantillon (b). Les lignes droites des figures (a) et (b) sont respectivement : $1 + 0,064 \cdot FN$ et $1 + 0,21 \cdot FN$. FN est la force normale.

Par la suite, le volume de l'échantillon et la profondeur du rotor seront fixés selon les préconisations de Malvern pour la géométrie considérée, c'est à dire 20 ml et 5 mm de profondeur.

3.2 Impact de la rugosité des surfaces de la géométrie

En utilisant les différents rotors, on observe que la rugosité n'a apparemment pas d'impact sur les résultats lié au gel (Figure 26a) même si un léger glissement semble apparaître aux cisaillements les plus faibles (Figure 26b) pour les surfaces lisses mais également sablées.

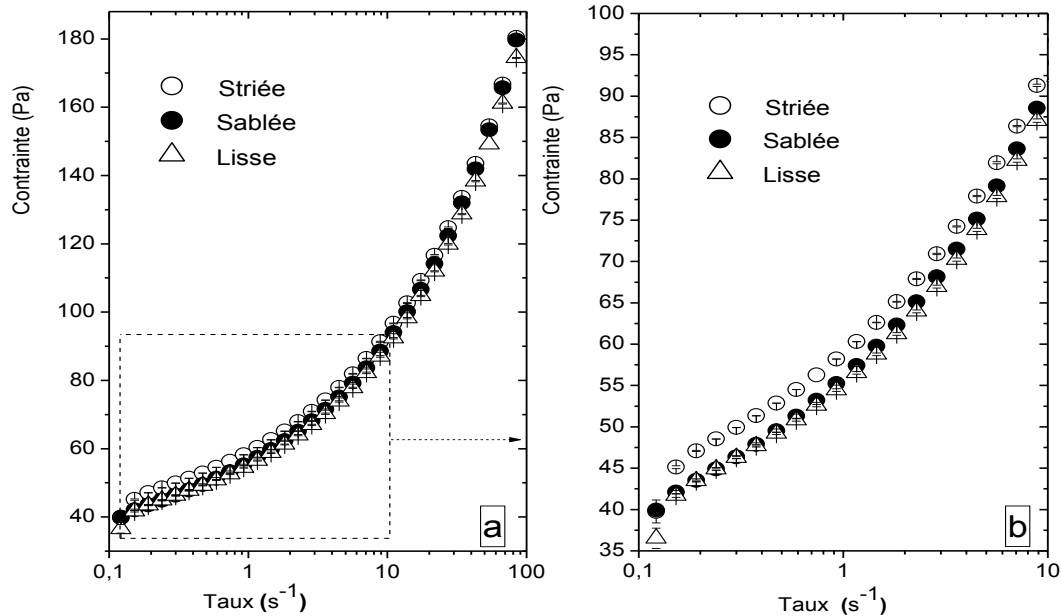


Figure 26 : Courbes d'écoulement du gel en fonction de la rugosité. La figure 6b est le zoom fait dans la zone délimitée par les pointillés de la figure 6a. Les états de référence des échantillons sont estimés en fonction des modules élastiques lorsque le matériau est au repos. Pour les surfaces striée, lisse et sablée, les états de référence sont respectivement de $210,33 \pm 0,22$ Pa, de $210,77 \pm 0,33$ Pa et de $207,9 \pm 2,86$ Pa. La teneur en matière solide massique des échantillons utilisés est en moyenne de 4,56 %.

Le glissement sur des surfaces lisses a été largement documenté dans la littérature (Piau 2007, Balmforth *et al.* 2014, Poumaere *et al.* 2014) mais plus rarement sur des surfaces rugueuses. En effet, une condition de non-glissement est supposée s'appliquer dès lors que les géométries sont rugueuses (El Kissi *et al.* 2006). Cependant Divoux *et al.* (2010) ont également observé un glissement avec un gel malgré une rugosité d'environ $60\mu\text{m}$, ce qui correspond à notre surface sablée et nous amène à conclure que l'utilisation de surfaces non lisses n'est pas une condition suffisante pour éviter le glissement: la rugosité doit être adaptée aux caractéristiques du matériau.

3.3 Impact de la durée de cisaillement

En comparant les courbes d'écoulement établies pour plusieurs durées de rampe, on observe qu'un décalage par rapport à la courbe en régime permanent apparaît à un taux de cisaillement critique qui est d'autant plus élevé que la durée de la rampe est courte (insert de la Figure 27).

Une première hypothèse expliquant ce phénomène pourrait être l'inertie (Baudez 2006), mais la déformation associée à ce taux de cisaillement critique est constante (Figure 28), indiquant plutôt que le régime transitoire est dominé par des propriétés de type solide (Ovarlez et al. 2013).

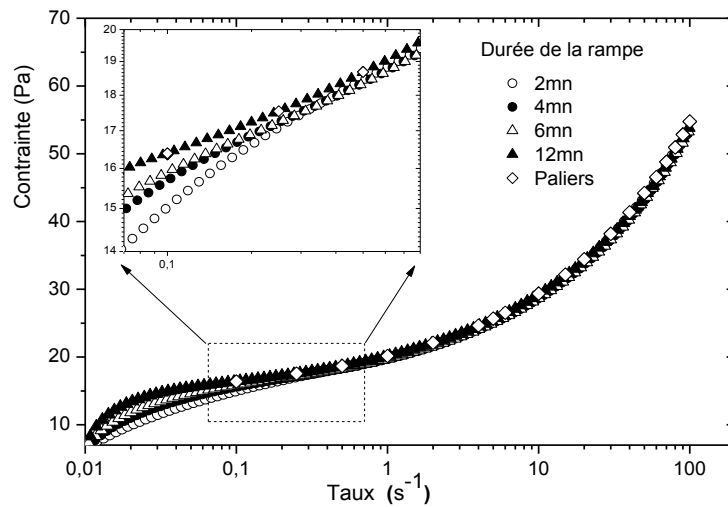


Figure 27 : Courbes d'écoulement du gel en fonction de la durée de la rampe. L'insert représente le zoom de la zone délimitée par les pointillés. La teneur en matière solide massique moyenne des échantillons est de 2,71 %.

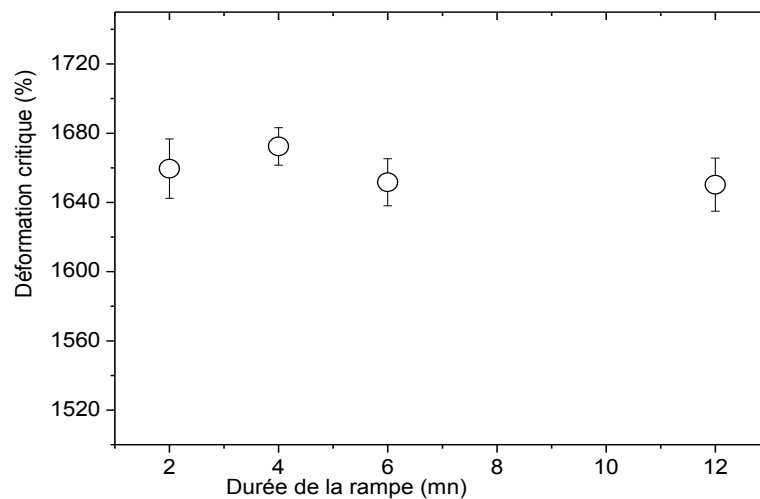


Figure 28 : Déformation critique du gel en fonction de la durée de la rampe.

3.4 Difficultés supplémentaires liées à la caractérisation rhéologique des boues résiduaire

3.4.1 Impact du glissement

Les boues faiblement concentrées ont un comportement semblable à celui des gels. En dessous d'une teneur en matière solide critique (5,75 % avec nos échantillons), aucun glissement n'est observé : une unique courbe d'écoulement est obtenue pour toutes les rugosités (Figure 29).

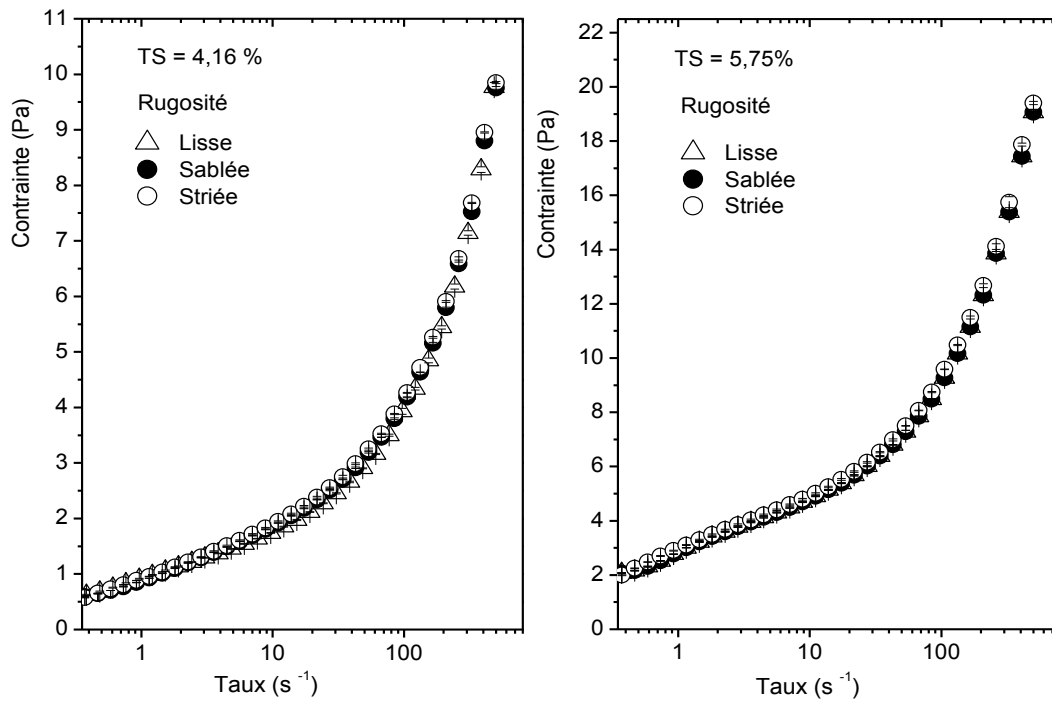


Figure 29 : Courbe d'écoulement de la boue secondaire semi-diluée en fonction de la rugosité de la surface de la géométrie pour des teneurs en matière solide (TS) de 4,16 % et 5,75 %.

Cependant, dès lors que la teneur en matière solide augmente, des différences sont perceptibles. Le glissement est systématiquement observé avec la surface lisse et est d'autant plus important que la teneur en matière solide augmente (Figure 30a). La même observation peut être faite avec la surface sablée (Figure 30b) pour laquelle le glissement se produit au-dessus d'une teneur en matière solide plus élevée (7 % dans notre cas). Conformément aux études antérieures (Tabuteau et al. 2004), le glissement est principalement visible aux faibles taux de cisaillement et est plus importante avec la surface lisse comparée à ce qui est observé avec la surface sablée. Aucun glissement n'est observé à des taux de cisaillement élevés (Figure 31).

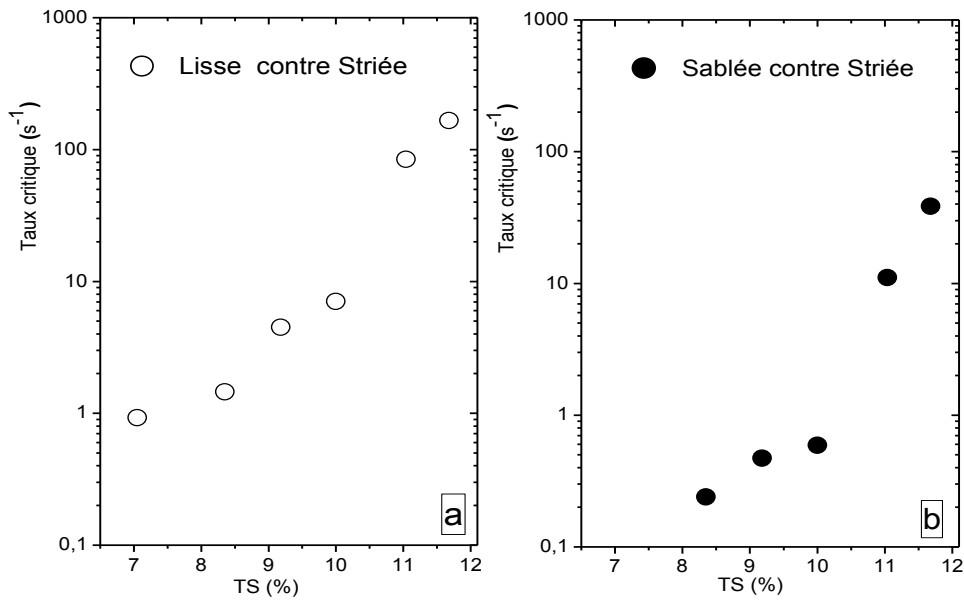


Figure 30 : Taux de cisaillement critique de présence de glissement sur les surfaces lisses (a) ou sablées (b) selon la teneur en matière solide (TS).

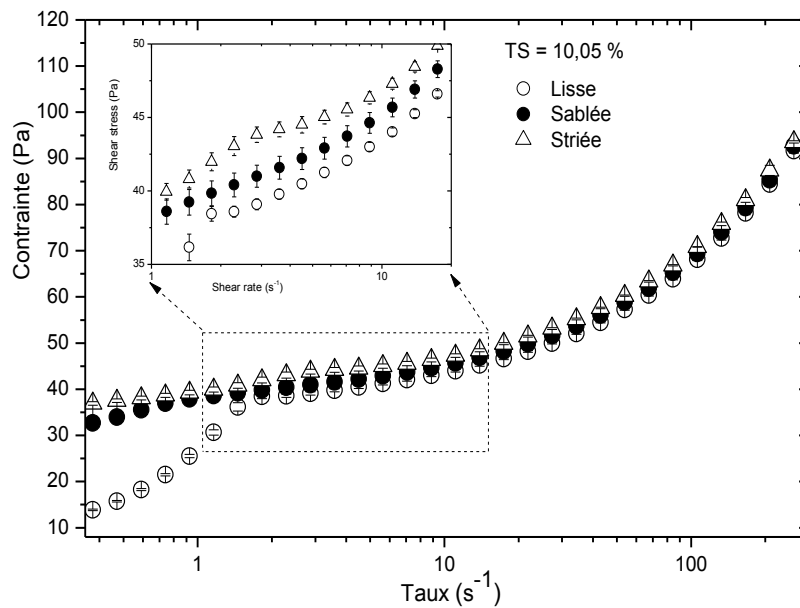


Figure 31 : Courbes d'écoulement d'une boue secondaire concentrée en fonction de la rugosité. La figure insérée est le zoom de la zone délimitée par les pointillés. La teneur en matière solide (TS) de la boue est de 10,05 %.

3.4.2 Impact de la thixotropie

Lorsque les boues sont faiblement concentrées, la contrainte de pré-cisaillement diminue avec la durée du pré-cisaillement mais atteint un plateau au-delà d'une certaine intensité et / ou durée de pré-cisaillement (Figure 32), pouvant être interprété par un état de déstructuration complète que le matériau a atteint. Cela se reflète sur le seuil d'écoulement qui atteint une valeur constante au-delà d'une certaine durée de pré-cisaillement (Figure 33). Cette déstructuration complète efface toute accumulation des effets du cisaillement antérieur sur la structure des boues. Dès lors, l'histoire

mécanique peut être considérée effacée pour les boues faiblement concentrées en appliquant une durée et une intensité de précisaillement suffisantes.

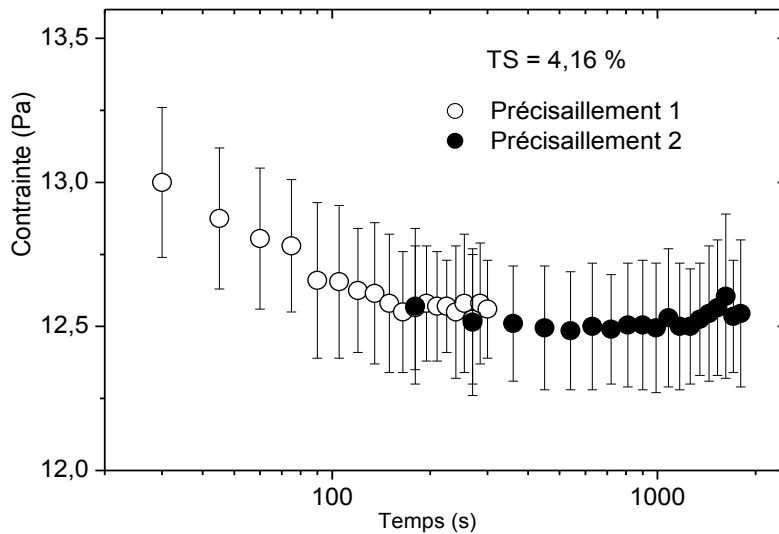


Figure 32 : Évolution de la contrainte de précisaillement d'une boue semi-diluée en fonction de la durée de précisaillement. L'intensité des précisaillements 1 et 2 est de 1000 s^{-1} .

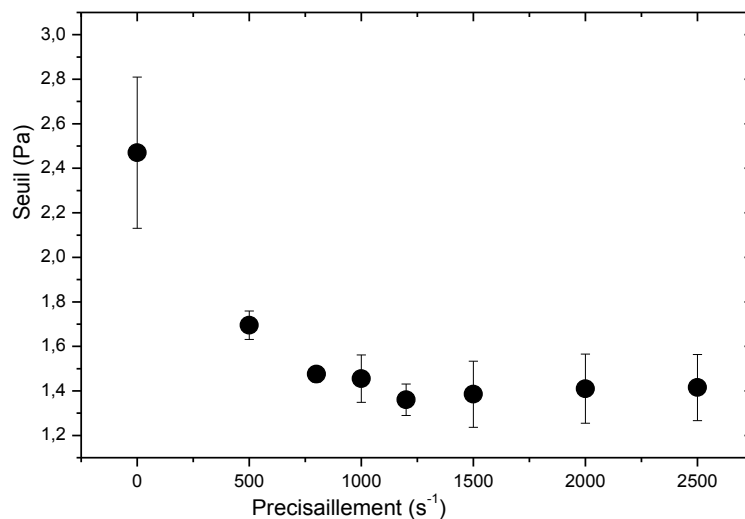


Figure 33 : Evolution de la contrainte seuil d'écoulement en fonction du précisaillement. La teneur en matière solide de la boue est de 5,75 %.

Plus important, aucun état stationnaire n'est atteint avec les boues concentrées (Figure 34). Cela signifie que pour ces boues, le comportement rhéologique reste fortement lié à l'histoire mécanique. En effet, la plage et la durée du taux de cisaillement ont un impact non négligeable sur la courbe d'écoulement : plus la pente de la rampe est faible, plus le niveau de contrainte de la courbe d'écoulement est faible, surtout aux vitesses de cisaillement élevées (Figure 35).

Ce résultat peut être imputé à la thixotropie. En effet, en considérant la durée de cisaillement globale à laquelle la boue a été soumise pour un taux de cisaillement donné, plus la pente est faible, plus la boue est cisailée longtemps et plus elle se fluidifie du fait de son caractère thixotrope. En outre, il devrait

exister un état d'équilibre à partir duquel le matériau ne peut guère se fluidifier davantage. La Figure 35 semble montrer qu'un état d'équilibre peut être atteint parce que toutes les courbes d'écoulement déterminées se confondent au-delà d'une certaine pente de rampe (au-delà de $100 \text{ s}^{-1} / \text{min}$ dans notre cas). Cependant, cet état est probablement amené à évoluer puisque l'usage des paliers en taux de cisaillement, dont la durée totale est largement supérieure à celle utilisée pour les rampes, montre des niveaux de contrainte plus faibles pour un taux de cisaillement donné.

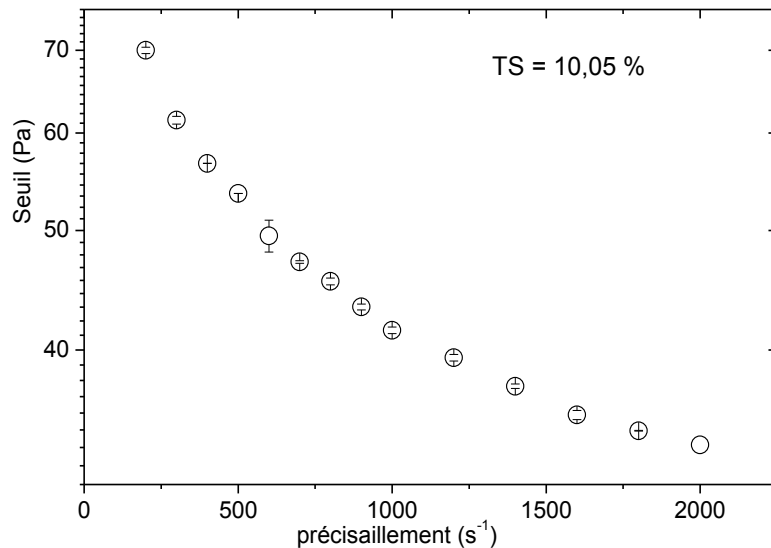


Figure 34 : Contraintes seuil d'écoulement d'une boue concentrée en fonction de l'intensité du précisaillement.

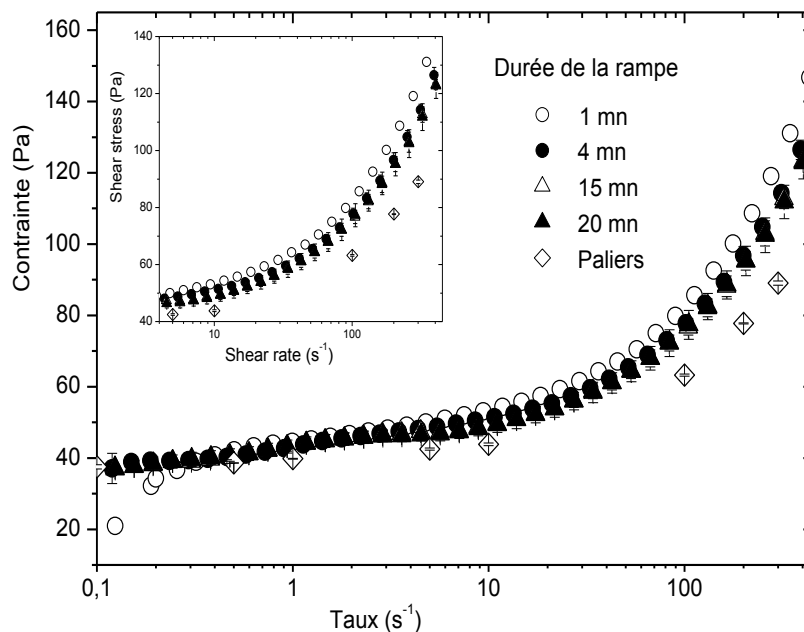


Figure 35 : Courbes d'écoulement d'une boue concentrée en fonction de la durée de la rampe. La figure insérée est le zoom de la figure principale entre 400 s^{-1} et 1000 s^{-1} . La teneur en matière solide moyenne est de 10,05 %.

Les observations mentionnées ci-dessus expliquent pourquoi les résultats de la littérature peuvent varier d'une étude à l'autre avec des boues a priori équivalentes. Qui plus est, ils soulignent également

d'autres problèmes liés aux propriétés d'écoulement des boues tels que les conditions de glissement aux parois des canalisations et l'impact majeur des histoires mécaniques qui apparaissent être des caractéristiques fondamentales à prendre en compte pour modéliser les écoulements des boues aux différentes étapes de traitement.

La mesure rhéologique n'est donc pas seulement l'application d'une rampe de taux de cisaillement : les facteurs d'impact doivent être soigneusement pris en compte. La façon dont ils sont considérés – ou non – va modifier les résultats expérimentaux.

4 Définition d'une procédure expérimentale pour les mesures rhéologiques des boues résiduaires

Comme montré précédemment, le volume de l'échantillon et la profondeur du rotor ont tous deux un impact sur la quantification des paramètres rhéologiques. Le contrôle de la profondeur du rotor ne devrait pas poser de problème parce que la plupart des rhéomètres modernes le permettent. La profondeur choisie doit être tout de même mentionnée dans la procédure. De plus, le volume d'échantillon considéré doit être soigneusement mesuré – et mentionné dans la procédure – car il s'agit d'un paramètre important affectant la mesure.

Un décalage entre les résultats peut également provenir d'un volume excédentaire au-dessus ou en dessous du rotor qui induit une contrainte de cisaillement supplémentaire. Cette contrainte de cisaillement supplémentaire est directement liée à la force normale, ce qui signifie que la contrainte de cisaillement et la contrainte normale sont interdépendantes. Pour assurer des mesures appropriées, les rotors présentent souvent un trait indiquant le niveau d'immersion à respecter.

Avec des matériaux non-thixotropes, le respect des conditions d'utilisation définies par le fournisseur ou au moins toujours l'application d'une même profondeur du rotor et d'un volume d'échantillon défini permettra de réaliser des mesures reproductibles. Or, ni le volume de l'échantillon ni la profondeur du rotor ne sont indiqués dans la littérature sur la rhéologie des boues. Même si l'on s'attend à ce que ces directives soient suivies, la procédure devrait préciser le volume de l'échantillon et la profondeur du rotor parce que les résultats diffèrent parfois.

De plus, il a été démontré qu'un glissement se produisait même avec des surfaces rugueuses et son impact est d'autant plus important que la teneur en matière solide est élevée : plus la boue est concentrée, plus le glissement impacte la mesure, conduisant à une déformation hétérogène (Bertola et al. 2003) et à une sous-estimation de la contrainte seuil d'écoulement, ce qui pourrait parfois amener à considérer une absence de contrainte seuil apparente. Comme le glissement provient des interactions entre le matériau et les surfaces de l'outil de mesure (Ballesta et al. 2012), la rugosité doit être suffisante pour éviter le glissement. Une boue très concentrée nécessite un outil de rugosité plus élevée. Ainsi, comme souligné précédemment, la valeur de rugosité est un paramètre important à

mentionner également. Il apparaît qu'une surface striée de 150 μm de rugosité est suffisante pour les boues biologiques que nous avons testées dont la contrainte seuil d'écoulement peut avoisiner les 200 Pa.

Lorsque la boue présente un seuil d'écoulement, ce qui est souvent le cas lorsque la teneur en matière solide est supérieure à 2-3 % (Baudez 2008, Baudez et al. 2011), le comportement solide prédomine tant qu'une déformation critique n'est pas atteinte (Coussot et al. 2006). Si une rampe de cisaillement est appliquée, le cas le plus fréquent dans la littérature de la rhéologie des boues (Slatter 1997, Eshtiaghi et al. 2012, Dieude-Fauvel et al. 2014), les faibles taux de cisaillement peuvent correspondre à une déformation de cisaillement globale inférieure à cette déformation critique et la boue se comporte comme un solide dans cette gamme (Ovarlez et al. 2013), conduisant à une courbe d'écoulement perturbée avec à nouveau un seuil d'écoulement sous-estimé.

De plus, en raison des propriétés thixotropes des boues, le niveau de contrainte est également influencé par l'histoire du cisaillement : plus la rampe du cisaillement est longue, plus le niveau de contrainte est bas et donc plus la viscosité apparente et la contrainte seuil sont basses. La boue semble être d'autant plus fluide que la rampe est lente.

Pour négliger le plus possible ces effets dans le temps, un précisaillement d'intensité et de durée importantes est souvent appliqué. Cependant, il ne permet pas toujours d'effacer l'histoire mécanique, en particulier lorsque la boue est pâteuse (teneur en matière solide supérieure à 5 %) : plus le précisaillement est intense, plus le niveau de contrainte est faible.

Par conséquent, un précisaillement arbitraire, même long et intense, ne peut pas toujours permettre d'atteindre un état de référence indépendant de l'histoire mécanique.

Pour garantir que les mesures sont effectuées avec un matériau dans le même état de référence, il est nécessaire d'adapter l'intensité et la durée du précisaillement et / ou de la durée du repos pour atteindre un état de référence maîtrisé du matériau. Ceci peut être fait en incluant une "condition d'arrêt" dans la procédure expérimentale : le précisaillement s'arrête lorsqu'un niveau de viscosité a été atteint (Figure 36) et / ou le repos s'arrête lorsqu'un niveau de restructuration donné a été atteint (Figure 37). Dans ce dernier cas, lorsque le module élastique atteint une valeur cible, la période de repos se termine et l'étape suivante commence. Ainsi, en imposant cette valeur cible, une meilleure reproductibilité est obtenue. De cette façon les résultats entre études se comparent mieux. En effet, l'adaptation de l'intensité et / ou de la durée du précisaillement pour atteindre une viscosité apparente définie et représentative d'un état de microstructure donné aboutit à des mesures entièrement reproductibles (Figure 38).

De fait, les caractéristiques du précisaillement doivent être considérées comme faisant partie intégrante de la procédure de caractérisation et doivent être bien spécifiées lors de la modélisation d'un procédé.

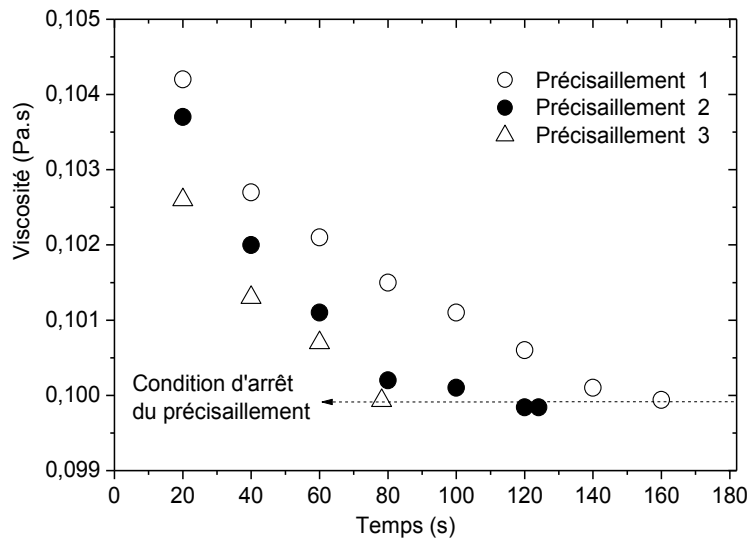


Figure 36 : Conditions d'arrêt du précisaillement en fonction d'une valeur donnée de viscosité de la boue. La teneur en matière solide de la boue représente 8,35 %. L'intensité est de 1000 s^{-1} pour les 3 séries de précisaillement.

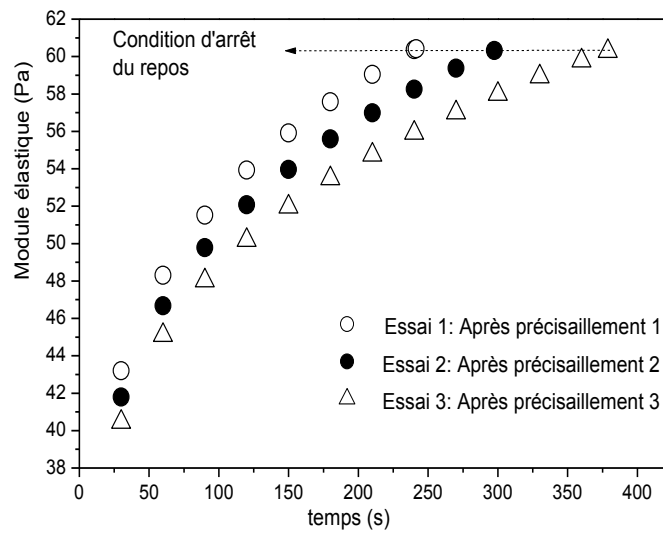


Figure 37 : Conditions d'arrêt du repos en fonction d'une valeur donnée du module élastique de la boue. La teneur en matière solide de la boue représente 8,35 %.

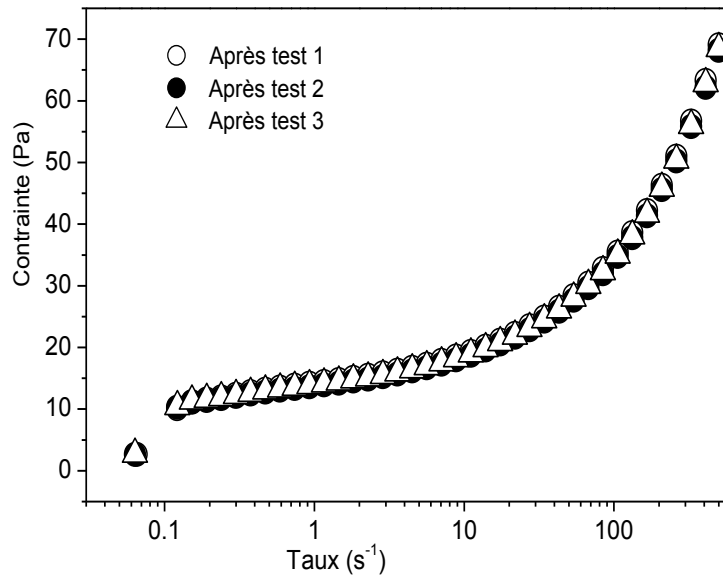


Figure 38 : Reproductibilité de la courbe d'écoulement des boues lorsqu'un même état de référence basé sur la valeur d'un module élastique de référence. La valeur de référence du module élastique est reportée sur la Figure 37. Chaque test représente une histoire mécanique différente suivie du repos du matériau jusqu'à atteindre le module élastique de référence.

5 Conclusion

La littérature sur la rhéologie des boues résiduelles présente des disparités. Les origines potentielles de ces disparités ont été étudiées et des expérimentations ont été menées afin de déterminer quels paramètres pouvaient impacter les mesures et expliquer – pour partie – la variabilité des résultats présentés dans la littérature. Ainsi, il a été notamment démontré que deux paramètres liés à la procédure expérimentale, le volume de l'échantillon et la profondeur du rotor, peuvent affecter les mesures. Toute chose égale par ailleurs, plus le volume d'échantillon ou la profondeur du rotor sont grands, plus la contrainte de cisaillement de la courbe d'écoulement est importante : ces paramètres impactent la définition quantitative des propriétés rhéologiques.

En outre, un glissement inévitable se produit avec des boues concentrées si la rugosité des surfaces de la géométrie n'est pas suffisante, et est d'autant plus important que la teneur en matière solide est élevée. Le glissement peut être suffisamment significatif pour effacer la contrainte seuil apparente, ce qui peut conduire à une définition inappropriée du comportement rhéologique de la boue.

Enfin, il a été montré que le niveau de contrainte de la courbe d'écoulement est fortement dépendant des propriétés thixotropes des boues. En raison de cette thixotropie, le niveau de contrainte diminue avec l'histoire mécanique ou avec l'accumulation de l'histoire mécanique engendrée par un précisaillement. Cela veut dire que le précisaillement tel qu'il est préconisé dans la littérature ne permet pas de garantir un état de référence reproductible pour un matériau manifestant une forte thixotropie. C'est en particulier le cas des boues à forte teneur en matière solide. Un état de référence

reproductible obtenu par un précisaillement n'a été observé que pour les boues de faibles teneurs en matière solide, et cela parce qu'elles manifestent une faible thixotropie. Dans ce cas-là, un intense précisaillement permet même de toujours d'atteindre un état d'une déstructuration totale du matériau, ce qui correspond à l'effacement de toute l'historique du matériau et donc de son histoire mécanique.

En conclusion, pour assurer des mesures reproductibles, les procédures expérimentales suivantes doivent être respectées :

- Tout d'abord, la rugosité de l'outil doit être suffisante pour éviter le glissement : une surface striée de 150 μm est largement suffisante pour les boues biologiques dont le seuil peut atteindre 200 Pa.
- Ensuite, pour contrôler l'impact des effets de bord sur les données expérimentales, le volume d'échantillon et la profondeur du rotor doivent être fixés.
- En outre, pour maîtriser l'historique mécanique, l'état de référence doit être lié à un point de consigne et non à une durée ou à une intensité de précisaillement. Tant que la valeur de consigne n'est pas atteinte, l'état de référence n'est pas défini. L'état de référence choisi doit également être indiqué dans les méthodes de mesure.
- Enfin, puisque les propriétés rhéologiques des boues diminuent continuellement avec la durée de mesure, la pente de la rampe doit être adaptée au procédé à modéliser. En effet, les mesures rhéologiques des boues ne s'intéressent pas à la détermination des propriétés rhéologiques « définitives », mais plutôt à la détermination des propriétés rhéologiques « précises » du procédé et des étapes de procédés précédentes généralement interconnectées. Une forte pente de la rampe est préconisée pour les procédés de traitement des boues plutôt liquides puisqu'elles sont peu dépendantes de l'historique mécanique et peuvent sédimenter si la durée de mesure est long. A l'inverse, une faible pente de la rampe est préconisée pour les procédés de traitement des boues concentrées qui sont plus impactées par les histoires mécaniques et donc potentiellement par les étapes de procédés précédentes.

Le respect de ces préconisations permettra d'obtenir des mesures fiables et reproductibles : cette méthode sera donc utilisée dans la suite du mémoire.

6 Références bibliographiques

- Ballesta, P., G. Petekidis, L. Isa, W. C. K. Poon and R. Besseling (2012). "Wall slip and flow of concentrated hard-sphere colloidal suspensions." *Journal of Rheology* **56**(5): 1005-1037.
- Balmforth, N. J., I. A. Frigaard and G. Ovarlez (2014). "Yielding to Stress: Recent Developments in Viscoplastic Fluid Mechanics." *Annual Review of Fluid Mechanics* **46**(1): 121-146.
- Baudez, J. C. (2006). "About peak and loop in sludge rheograms." *J Environ Manage* **78**(3): 232-239.
- Baudez, J. C. (2008). "Physical aging and thixotropy in sludge rheology. ." *Applied Rheology* **18**(1): 13495.
- Baudez, J. C., F. Markis, N. Eshtiaghi and P. Slatter (2011). "The rheological behaviour of anaerobic digested sludge." *Water Res* **45**(17): 5675-5680.
- Bertola, V., F. Bertrand, H. Tabuteau, D. Bonn and P. Coussot (2003). "Wall slip and yielding in pasty materials." *Journal of Rheology* **47**(5): 1211.
- Coussot, P., H. Tabuteau, X. Chateau, L. Tocquer and G. Ovarlez (2006). "Aging and solid or liquid behavior in pastes." *Journal of Rheology* **50**(6): 975-994.
- Dieude-Fauvel, E., P. Heritier, M. Chanet, R. Girault, D. Pastorelli, E. Guibelin and J. C. Baudez (2014). "Modelling the rheological properties of sludge during anaerobic digestion in a batch reactor by using electrical measurements." *Water Res* **51**: 104-112.
- Divoux, T., D. Tamarii, C. Barentin and S. Manneville (2010). "Transient shear banding in a simple yield stress fluid. ." *Physical review letters* **104**(20): 208301.
- El Kissi, N., S. Nigen and F. Pignon (2006). "Glissement et rhéométrie." *Rhéologie*, 21 (**10**): 13-39.
- Eshtiaghi, N., S. D. Yap, F. Markis, J. C. Baudez and P. Slatter (2012). "Clear model fluids to emulate the rheological properties of thickened digested sludge." *Water Res* **46**(9): 3014-3022.
- Ovarlez, G., S. Cohen-Addad, K. Krishan, J. Goyon and P. Coussot (2013). "On the existence of a simple yield stress fluid behavior." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **193**: 68-79.
- Piau, J. M. (2007). "Carbopol gels: Elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **144**(1): 1-29.
- Poumaere, A., M. Moyers-González, C. Castelain and T. Burghlea (2014). "Unsteady laminar flows of a Carbopol® gel in the presence of wall slip." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **205**: 28-40.
- Slatter, P. T. (1997). "The rheological characterisation of sludges." *water Sci Technol* **36**: 9-18.
- Tabuteau, H., J. C. Baudez, F. Bertrand and P. Coussot (2004). "Mechanical characteristics and origin of wall slip in pasty biosolids." *Rheologica Acta* **43**(2): 168-174.

Chapitre 4 : Thixotropie des boues résiduaire

1 Introduction

L'étude de la littérature dédiée à différents types de matériaux a montré que les effets de la thixotropie se manifestent par deux mécanismes (cf. chapitre 2) : une diminution des propriétés rhéologiques au cours du temps sous une condition de cisaillement fixée et une augmentation des propriétés rhéologiques au cours du temps lorsque le cisaillement est supprimé. Lorsque la durée du repos est suffisante, le matériau peut revenir à son état initial, mais cette durée de repos dépend également de l'intensité (et de la durée) du cisaillement préalable : plus le cisaillement est intense, plus le temps de repos sera long pour revenir à l'état initial. Par conséquent, les deux mécanismes par lesquels se manifestent les effets de la thixotropie sont interdépendants.

Les boues résiduelles présentent des propriétés thixotropes qui dépendent de leur nature (cf. chapitre 3). Les boues primaires (Markis et al. 2014) ou biologiques (Tabuteau et al. 2006, Baudez 2008) présentent des effets thixotropes plus marqués, tandis que les boues digérées sont faiblement thixotropes (Baudez et al. 2013). Sachant que les boues primaires contiennent plus de matière organique que les boues biologiques qui, à leur tour, en contiennent plus que les boues digérées, cela suggère que, au-delà de la nature des boues, la thixotropie pourrait être liée à la matière organique.

Cependant, il est extrêmement difficile d'évaluer la thixotropie. La méthode d'évaluation couramment utilisée, qui est d'appliquer successivement une rampe croissante et une rampe décroissante en contrainte, est très dépendante de la procédure expérimentale (Banfill and Saunders 1981, Baudez 2006), ce qui rend les études difficilement comparables.

Dans ce chapitre dédié à la thixotropie des boues, une méthode a d'abord été mise en place afin de séparer, d'une part les effets du cisaillement et de l'histoire du cisaillement, et d'autre part, les effets du temps de repos. Cette méthode a également permis d'évaluer l'impact de la matière organique sur les propriétés rhéologiques des boues en modifiant le ratio matière organique/matière minérale contenu dans la matière solide, à une concentration donnée. En ce qui concerne les descripteurs du comportement rhéologique, l'accent a été mis à la fois sur des paramètres représentatifs des caractéristiques solides et liquides.

2 Méthodologie expérimentale

2.1 Préparations des échantillons

La préparation des échantillons utilisés dans cette partie s'est appuyée sur les échantillons utilisés précédemment.

Pour extraire la matière minérale, une partie de la boue d'origine a été calcinée à 550 °C, ce qui élimine toute la matière organique. Les matières minérales restantes ont ensuite été broyées et tamisées pour ne conserver que les particules minérales de diamètre inférieur à 250 µm (Figure 39).

En ajoutant ces particules minérales aux boues initiales, on peut modifier le ratio matière minérale/matière organique et préparer divers échantillons dont la composition élémentaire des matières solides est variable. Les matières organique et minérale étant issues d'une même boue, la modification du ratio matière minérale / matière organique n'est donc que quantitative. Nous verrons dans le chapitre 5 le cas d'une modification qualitative et quantitative de ce ratio.

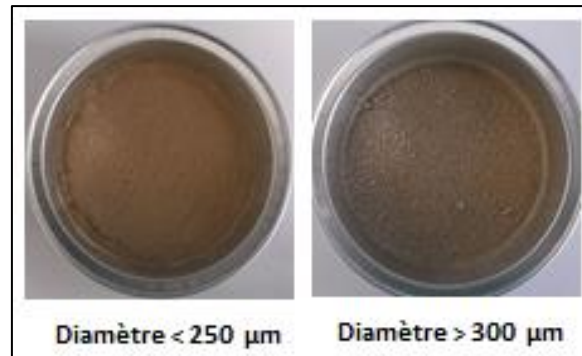


Figure 39 : Aspect physique des particules minérales obtenues après broyage et tamisage de la boue calcinée.

Sur des échantillons de concentration solide variable, la teneur en matière solide a été modifiée en ajoutant des fines particules minérales issues de la boue d'origine pour ajuster le ratio MO / MM. L'aspect physique de certains échantillons est illustré sur la Figure 40.

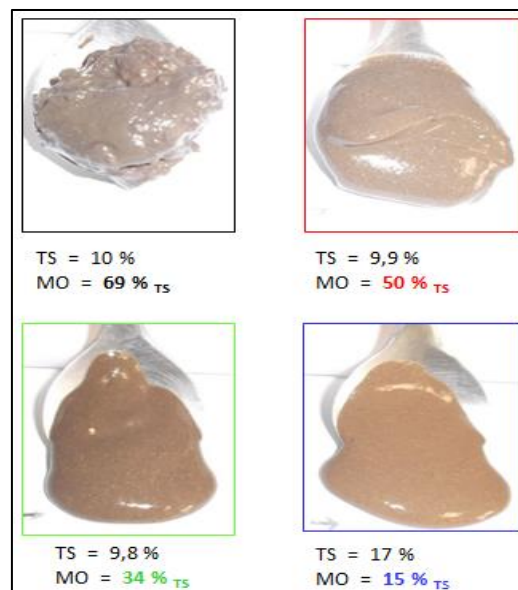


Figure 40 : Aspect physique général des échantillons dilués de différentes teneur en matière solide (TS) après modification du ratio matière organique / matière minérale. Les cuillères contenant les différents échantillons ont une même inclinaison.

Au final, la teneur moyenne en matière organique variait de 15 % à 69 % de la teneur en matière solide et la teneur moyenne en matière solide variait de 3,15 % à 22,04 %. L'ensemble de ces variations est récapitulé dans le Tableau 3.

Teneur en matière organique (% TS)	69	50	34	15
Teneur en matière solide (%)	3.15	4.18	5.09	14.37
	4.87	9.16	7.03	17.14
	6.59	9.90	9.82	20.03
	8.78	13.10	14.75	22.04
	10.01	-	15.88	-
	10.46	-	-	-

Tableau 3 : Caractéristiques des différents échantillons préparés.

2.2 Mesures rhéologiques

La nature thixotrope des boues a été évaluée à partir de deux principaux paramètres couramment cités dans la littérature, l'histoire mécanique et le temps de repos. Pour évaluer leur impact respectif, un protocole spécifique a été développé.

2.2.1 Mesure des impacts de l'histoire mécanique

L'impact de l'histoire mécanique sur les propriétés rhéologiques des boues a été analysé en appliquant un précisaillement allant de 0 à 2500 s⁻¹, suivi d'une période de repos de 1 mn. La cinétique de restructuration a été suivie pendant le repos en mesurant l'évolution du module élastique par l'application d'une déformation oscillatoire. L'amplitude maximale de déformation et la fréquence oscillatoire ont été respectivement fixées à 0,1 % et 1 Hz. Enfin, une rampe de cisaillement croissante de 1 s⁻¹ à 2500 s⁻¹ en 15 minutes a été appliquée après chaque repos. Pour s'assurer de la reproductibilité des mesures et ne pas superposer les effets de plusieurs cisaillements, un nouvel échantillon est utilisé après chaque cycle précisaillement-repos-rampe de cisaillement. Ce protocole est illustré sur la Figure 41.

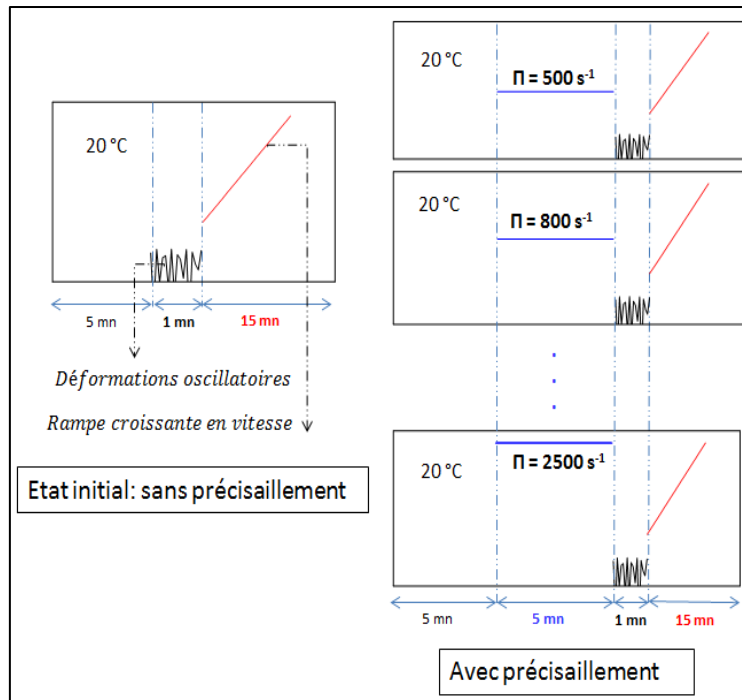


Figure 41 : Schématisation des mesures évaluant l'influence de l'histoire mécanique sur les propriétés rhéologiques.

2.2.2 Mesure des impacts du temps de repos

Puisque l'état du matériau ne peut pas être réinitialisé par un simple précisaillement lorsque le niveau de structuration de la boue est élevé (cf. chapitre 3), il a fallu contrôler l'impact de l'histoire mécanique dans l'évaluation des effets du temps de repos sur les paramètres rhéologiques. Pour ce faire, avant la mise au repos, l'échantillon est fortement cisailé jusqu'à atteindre une viscosité de référence fixée. L'intensité de précisaillement a été fixée à 2500 s^{-1} et la durée de précisaillement est assujettie à la valeur de la viscosité de référence. Cependant, fixer une viscosité de référence unique n'a pas été possible car le précisaillement ne permettait pas d'obtenir une viscosité égale entre les échantillons faiblement concentrés et ceux fortement concentrés. Pour les boues de faible teneur en matière solide, la viscosité de référence est celle correspondant au plateau de viscosité, lorsque celui-ci était mesurable. Pour les autres échantillons, de teneur en matière solide plus élevée, la viscosité de référence est fixée arbitrairement à partir de la viscosité mesurée après un précisaillement de 5 mn à 2500 s^{-1} .

Ainsi, après avoir atteint la viscosité de référence, un temps de repos allant de 30 secondes à 1 heure a été appliqué et la cinétique de restructuration a été mesurée en suivant l'évolution du module élastique au cours du temps à 0,1 % et 1 Hz. A l'issue de la phase de repos, une rampe de cisaillement croissante de 1 s^{-1} à 2500 s^{-1} en 15 minutes a été appliquée. Comme précédemment, un nouvel échantillon est utilisé pour chaque cycle précisaillement-repos-rampe. Ce protocole est illustré sur la (Figure 42).

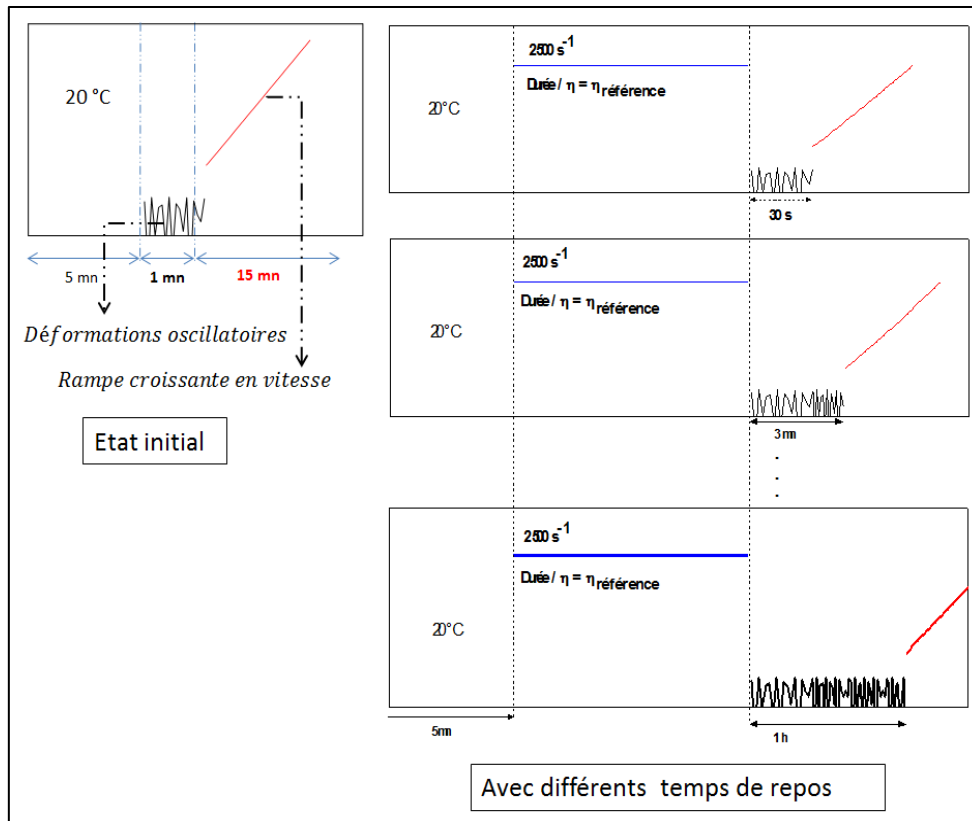


Figure 42 : Schématisation des mesures d'évaluation de l'impact du temps de repos sur les propriétés rhéologiques.

2.3 Méthode d'analyse des données

Un modèle modifié de Herschel-Bulkley (37), qui convient à la fois aux boues diluées et aux boues de forte teneur en matière solide (Baudez et al. 2011), a été utilisé pour modéliser la courbe d'écoulement.

$$\tau = \tau_c + k \cdot \dot{\gamma}^n + \mu_\infty \cdot \dot{\gamma} \quad (37)$$

Où τ_c , k , n et μ_∞ sont respectivement la contrainte seuil d'écoulement, le facteur de consistance, l'indice d'écoulement et la viscosité infinie de la boue. La valeur de cette dernière a été déterminée à partir de la pente de la courbe d'écoulement lorsque celle-ci devient linéaire dans les hauts taux de cisaillement. La valeur ainsi obtenue a été injectée dans le modèle (37) pour déterminer les autres paramètres du modèle.

Dans ce qui suit, l'accent est mis sur la contrainte seuil d'écoulement, le module élastique et la viscosité infinie.

3 Résultats

3.1 Evolution du module élastique et du seuil d'écoulement

3.1.1 Impact de l'histoire mécanique

Pour vérifier l'impact possible de la mise en place des échantillons dans la cellule de mesure, le module élastique est mesuré au cours du temps avant toute autre action. Les résultats montrent que le module élastique est quasi constant dans le temps (Figure 43), ce qui signifie que l'impact de la manipulation des boues est négligeable dans ces conditions. Cette étape peut être donc considérée comme celle d'une histoire mécanique nulle.

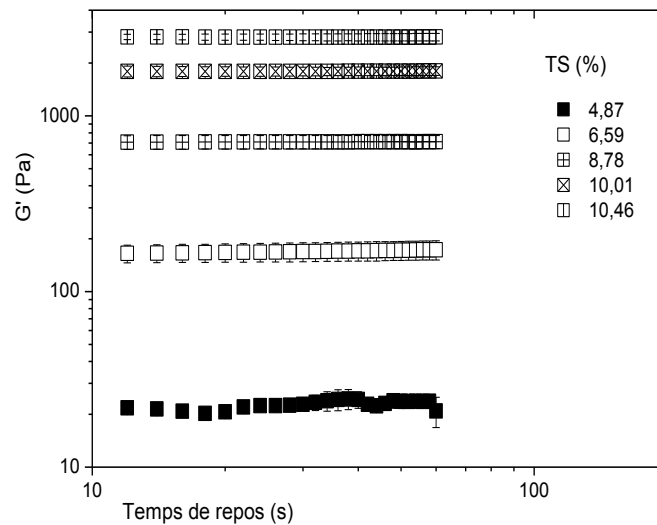


Figure 43 : Evolution du module élastique au repos lorsque la boue n'est pas précisailée, pour différentes teneurs en matière solide (TS). La teneur en matière organique des échantillons représente 69 % de la matière solide.

Après avoir cisailé l'échantillon, contrairement à l'étape considérée comme étant celle correspondant à une histoire mécanique nulle, le module élastique n'est plus constant et augmente avec le temps de repos (Figure 44).

Pour un temps de repos donné, le module élastique diminue avec l'intensité du précisaillement puis atteint un plateau (Figure 44a). De même, la contrainte seuil diminue avec l'intensité du précisaillement pour atteindre un plateau pour des taux de précisaillement élevés. Ce plateau dépend à la fois de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique de la matière solide (Figure 44 et Figure 45). D'abord, plus la teneur en matière solide est faible, plus le taux de cisaillement à appliquer pour atteindre le plateau est faible. Puis, plus la teneur en matière organique de la matière solide est faible, plus le taux de cisaillement à partir duquel le plateau est atteint est faible.

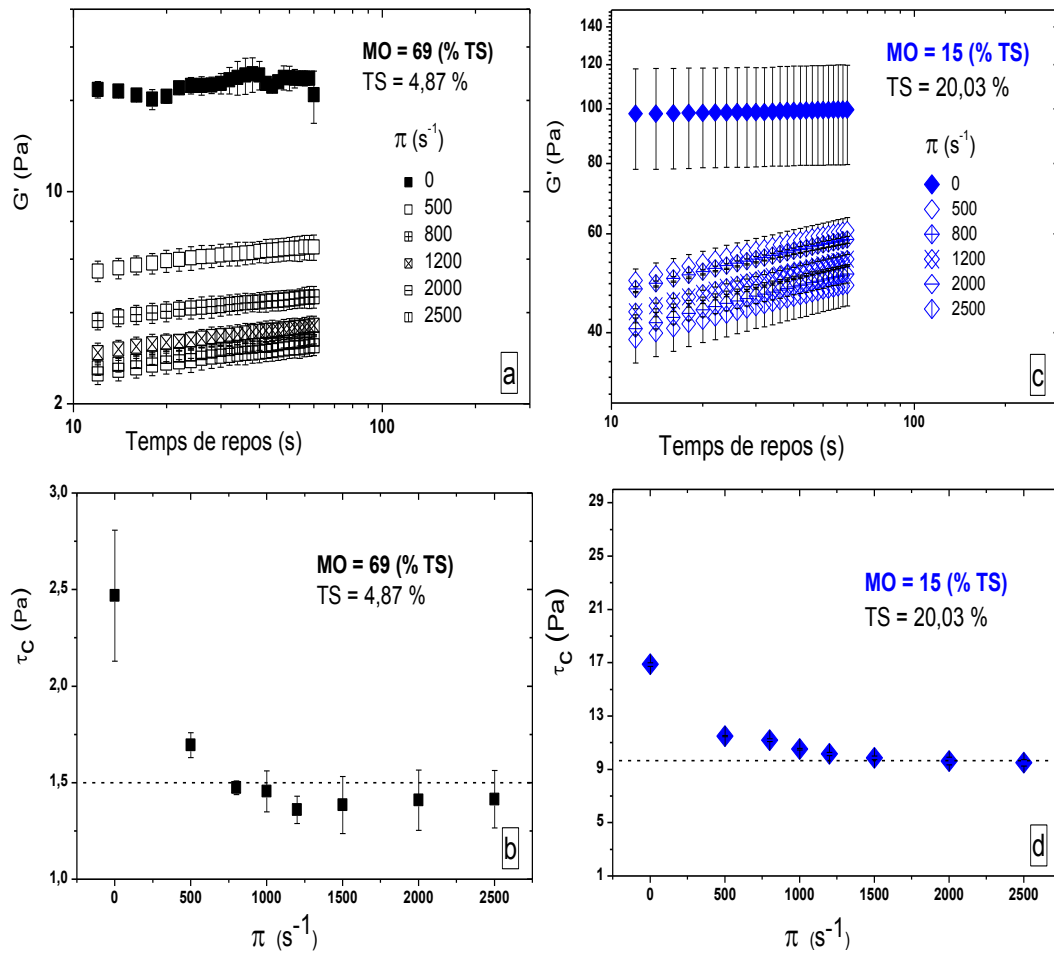


Figure 44 : Module élastique et contrainte seuil en fonction de l'histoire du cisaillement de la boue (π) pour différents teneurs en matière solide (TS) et teneur en matière organique de la matière solide (MO). Les seuils d'écoulement sur les figures b) et d) sont déterminées après que le matériau ait atteint les modules élastiques respectivement représentés sur les figures a) et c).

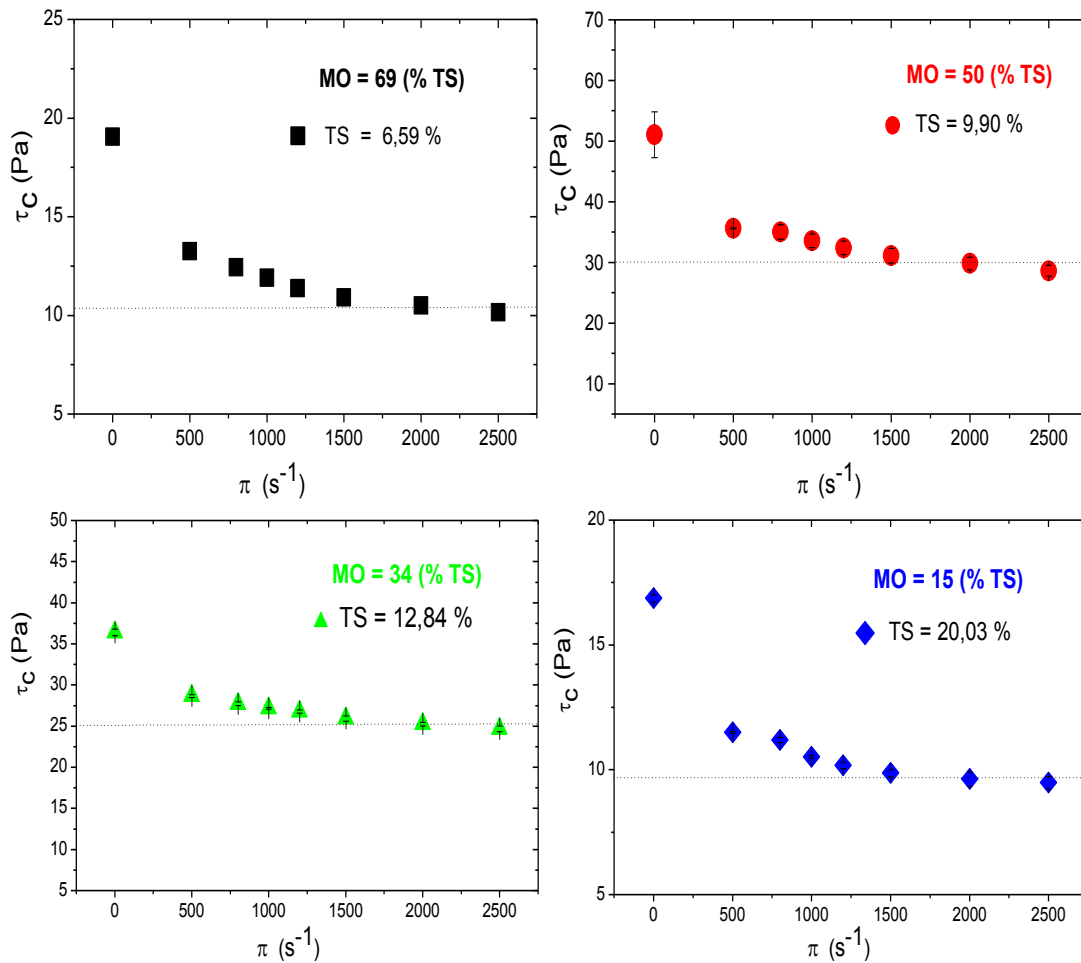


Figure 45 : Contrainte seuil en fonction de l’histoire mécanique pour différentes teneurs en matière solide (TS) et teneurs en matière organique (MO). Les traits en pointillés représentent schématiquement le plateau atteint par la contrainte seuil.

Par ailleurs, ce plateau n’est observable que lorsque la teneur en matière solide et / ou la teneur en matière organique de la matière solide sont faibles. Lorsque la teneur en matière solide et la teneur en matière organique de la matière solide sont élevées, aucun plateau n’a pu être observé. L’apparition du plateau est à la fois dépendante de la teneur en matière solide et la de teneur en matière organique :

- Pour 69 %, 50 %, 34 % et 15 % de teneurs en matière organique, un plateau est atteint jusqu’à des teneurs en matière solide respectives de 6,59 %, 9,90 %, 12,87 % et 20,03 % (Figure 45)
- Au-delà de ces teneurs en matière solide, le module élastique et la contrainte seuil diminuent continuellement avec l’intensité de précisaillement sans atteindre un plateau (Figure 46).

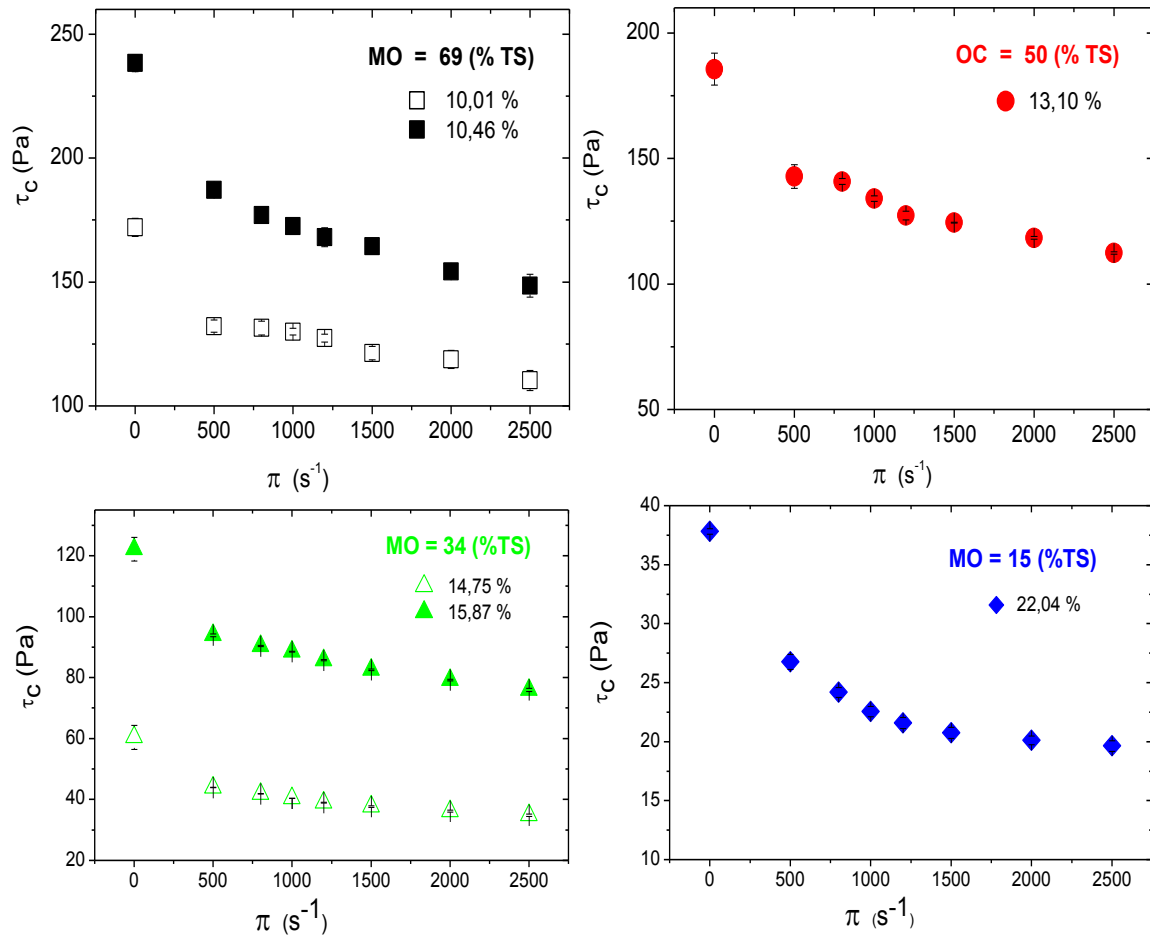


Figure 46 : Contrainte seuil en fonction de l'histoire mécanique (π) pour différentes teneurs en matière solide (TS) et teneurs en matière organique de la matière solide (MO). Cette figure est le complément de la Figure 45, et illustre l'absence de plateau pour plusieurs valeurs de teneurs en matière solide et teneurs en matière organique de la matière solide.

En outre, en nous appuyant sur des études réalisées antérieurement sur d'autres matériaux thixotropes (Tattersall 1954, Nguyen and Boger 1985), pour toute teneur en matière solide, le comportement décroissant de la contrainte seuil avec l'histoire mécanique peut être modélisé avec l'équation (38). Ce modèle apparaît valable quelle que soit la teneur en matière organique de la matière solide. On obtient alors, pour toute teneur en matière solide et toute teneur en matière organique :

$$\tau_c = \tau_{cp} + (\tau_{c0} - \tau_{cp}) \cdot e^{-\pi/\pi_c} \quad (38)$$

τ_{c0} représente la contrainte seuil lorsque l'histoire mécanique est nulle. C'est le seuil d'écoulement maximal que la boue peut atteindre.

τ_{cp} est la contrainte seuil au plateau. C'est le seuil d'écoulement minimal que la boue peut atteindre.

π est le taux de cisaillement qui représente l'histoire mécanique, tandis que π_c est un paramètre d'adimensionnement de l'exponentielle pouvant être assimilé à une « histoire mécanique caractéristique ».

τ_{c0} est déterminée expérimentalement. τ_{cp} peut aussi être déterminée expérimentalement, mais seulement si le plateau est atteint, ce qui est le cas pour les boues diluées et / ou de faible teneur en matière organique. Dans les cas où ce plateau n'est pas atteint, τ_{cp} est déterminée par le modèle (38). Cependant, dans tous les cas, π_c n'est déterminée qu'à partir de ce modèle. Les valeurs obtenues de l'ensemble des paramètres du modèle sont résumées dans le Tableau 4.

TS (%)	MO (% TS)	τ_{c0} (Pa)		τ_{cp} (Pa)		π_c (s ⁻¹)
		Moyenne	Erreur	Moyenne	Erreur	
3,15	68,38	0,521	0,339	0,291	0,102	175,477
4,87		2,482	0,665	1,382	0,148	356,783
6,59		18,861	3,670	10,543	0,028	560,924
8,78		87,571	3,437	38,038	--	683,023
10,01		172,922	1,881	100,129	--	724,395
10,46		241,633	5,012	136,480	--	746,115
4,18	50,03	3,742	0,629	2,064	0,071	341,258
9,16		29,839	1,718	16,634	0,997	333,055
9,90		52,280	3,790	28,705	0,877	571,321
13,10		187,990	6,336	106,169	--	818,812
5,09	33,77	0,490	0,028	0,279	0,014	249,432
7,03		2,165	0,511	1,255	0,121	337,178
9,82		10,501	0,481	5,904	0,064	437,919
10,83		17,220	0,573	9,900	0,233	477,106
12,85		36,167	0,382	20,519	0,339	555,909
14,75		59,786	3,903	34,313	--	589,869
15,88		125,668	3,833	52,533	--	694,880
14,37	15,15	1,741	0,672	0,973	0,091	203,892
17,14		5,772	0,134	3,189	0,035	472,976
20,03		16,745	0,226	9,298	0,240	494,221
22,04		37,770	1,334	20,968	--	562,270

Tableau 4 : Récapitulatif des valeurs des paramètres du modèle (38) d'évolution de la contrainte seuil en fonction de l'histoire mécanique. Les valeurs du seuil déterminées à partir du modèle (38) sont en gras. Les autres valeurs du seuil sont déterminées expérimentalement.

Par ailleurs, le modèle (2) peut se réécrire en une forme équivalente (3) :

$$\frac{\tau_c}{\tau_{c0}} = \frac{\tau_{cp}}{\tau_{c0}} + \left(1 - \frac{\tau_{cp}}{\tau_{c0}}\right) \cdot e^{-\pi/\pi_c} \Leftrightarrow \bar{\tau}_c = \overline{\tau_{cp}} + (1 - \overline{\tau_{cp}}) \cdot e^{-\bar{\pi}} \quad (39)$$

$$\bar{\tau}_c = \frac{\tau_c}{\tau_{c0}} \quad (40)$$

$$\overline{\tau_{cp}} = \frac{\tau_{cp}}{\tau_{c0}} \quad (41)$$

$$\bar{\pi} = \frac{\pi}{\pi_c} \quad (42)$$

Représenter les données expérimentales sous cette forme sans dimension (39) permet d'obtenir une courbe maîtresse pour toutes les teneurs en matière solide et en matière organique (Figure 47) : cela signifie que la cinétique décroissante du seuil avec l'histoire mécanique est indépendante de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique de la matière solide. En outre, l'obtention de cette courbe maîtresse implique que la cinétique décroissante du seuil avec l'histoire mécanique n'est régie que par l'état de structuration initial (ce qui correspond à l'histoire mécanique nulle) et par l'histoire mécanique caractéristique π_c .

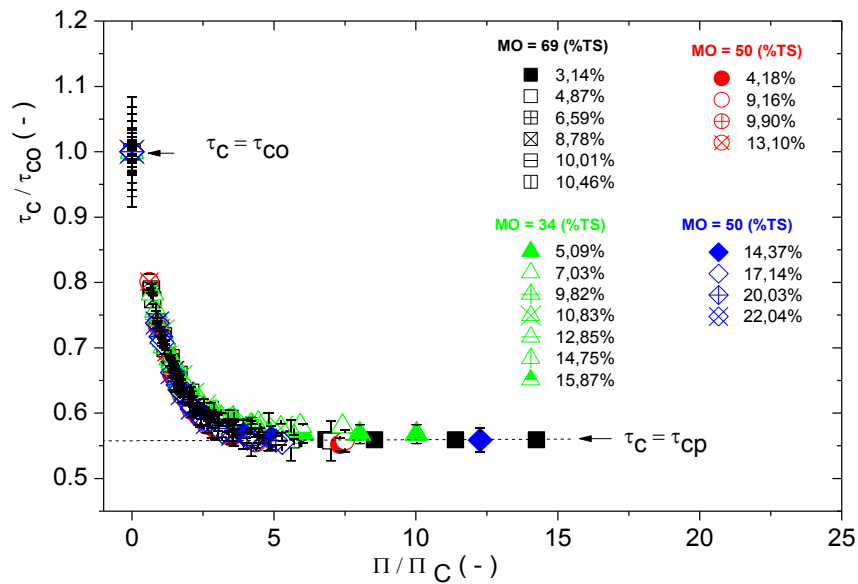


Figure 47 : Contrainte seuil adimensionnée en fonction de l'histoire mécanique adimensionnée selon différentes teneurs en matière solide et en matière organique. τ_c , τ_{c0} et τ_{cp} sont respectivement la contrainte seuil, la contrainte seuil maximale (plateau maximal) et la contrainte seuil minimale (plateau minimal). π et π_c représentent respectivement l'histoire mécanique et l'histoire mécanique caractéristique.

Il apparaît donc que, de façon qualitative, l'évolution des propriétés solides des boues en fonction de l'histoire mécanique est identique quelle que soit la teneur en matière solide et la teneur en matière organique de la matière solide. Comme mentionné précédemment, connaître le seuil d'écoulement

initial (et donc le module élastique initial) et l'histoire mécanique caractéristique permet de suivre cette évolution des propriétés solides des boues en fonction de leur histoire d'écoulement.

De façon quantitative, les propriétés solides des boues varient avec l'histoire mécanique d'un état maximal, représenté par le seuil d'écoulement τ_{c0} , à un état minimal représenté par le seuil d'écoulement τ_{cp} .

Cependant, aussi bien l'histoire mécanique caractéristique que les seuils d'écoulement τ_{c0} et τ_{cp} dépendent des caractéristiques de la boue, à savoir de sa teneur en matière solide et de la teneur en matière organique de la matière solide.

3.1.2 Influence des caractéristiques de la boue

L'histoire mécanique caractéristique est d'abord évaluée en fonction de deux caractéristiques de la boue, la teneur en matière solide et la teneur en matière organique de la matière solide (Figure 48).

Pour une teneur en matière organique donnée, l'histoire mécanique caractéristique augmente avec la teneur en matière solide. En première approximation, cette augmentation peut être considérée comme linéaire. Pour une teneur en matière solide donnée, elle tend globalement à augmenter avec la teneur en matière organique.

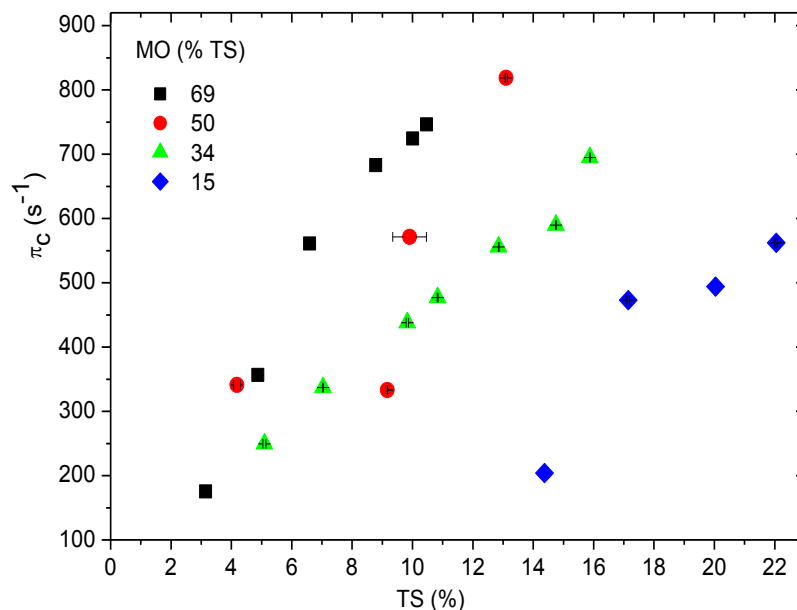


Figure 48 : Histoire mécanique caractéristique en fonction de la teneur en matière solide (TS) pour différentes teneurs en matière organique de la matière solide (MO).

Ensuite, le module élastique (G'_0) et le seuil d'écoulement (τ_{c0}) de l'état initial du matériau, c'est-à-dire sans précisaillement, sont évalués en fonction de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique.

Aussi bien le module élastique et le seuil d'écoulement augmentent avec la teneur en matière solide (Figure 49). Cette augmentation est également dépendante de la teneur en matière organique de la

matière solide. En effet, pour une teneur en matière solide donnée, le module élastique et le seuil d'écoulement augmentent lorsque la teneur en matière organique augmente.

Enfin, le seuil d'écoulement est évalué en fonction de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique lorsque l'histoire mécanique n'a plus d'impact sur les mesures, ce qui représente la plus petite valeur que le seuil peut atteindre pour un échantillon donné. Dans ce cas-là, le seuil en fonction de la teneur en matière solide selon les différentes teneurs en matière organique, suit une évolution similaire à celui évalué à l'état initial (Figure 50). En effet, pour une teneur en matière organique donnée, le seuil augmente avec la teneur en matière solide. Pour une teneur en matière solide donnée, il augmente également avec la teneur en matière organique.

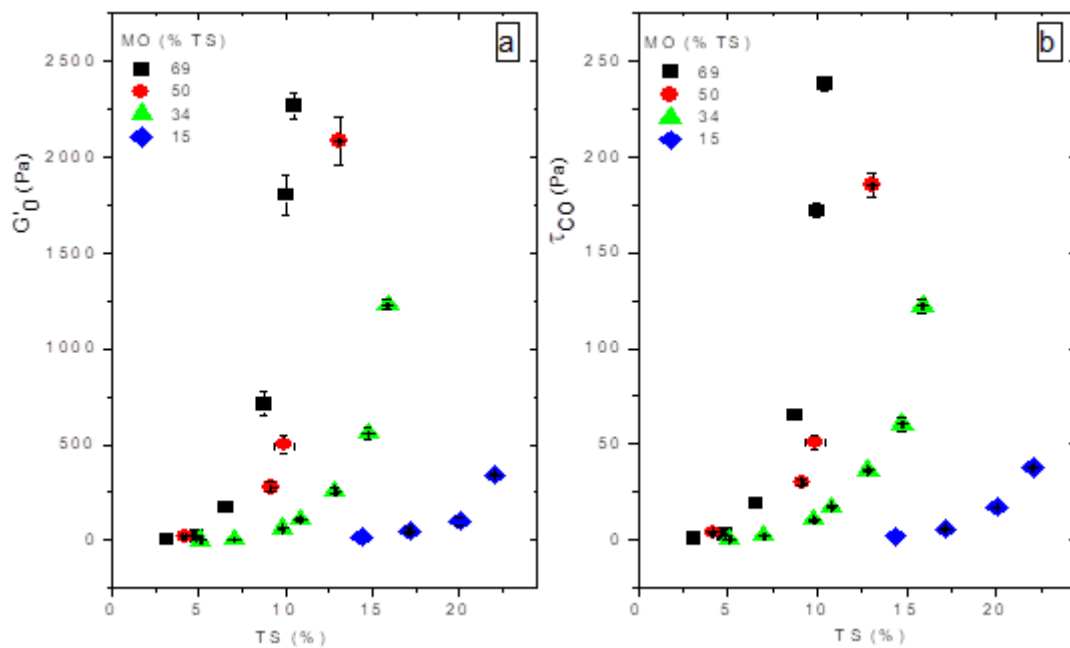


Figure 49 : Evolution du module élastique a) et du seuil d'écoulement b) de la boue en fonction de la teneur en matière solide (TS) pour différentes teneurs en matière organique de la matière solide (MO). Les valeurs du module et du seuil prises ici sont celles lorsqu'aucun précisaillement n'est appliqué.

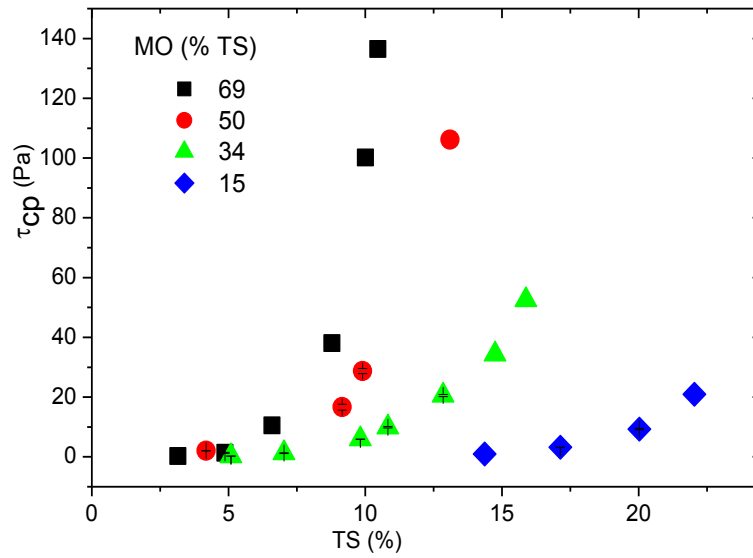


Figure 50 : Evolution du seuil d'écoulement de la boue en fonction de la teneur en matière solide (TS) pour différentes teneurs en matière organique de la matière solide (MO). Les valeurs du seuil prises ici sont celles lorsque l'histoire mécanique n'a plus d'impact sur les mesures.

Dans ces deux cas limites, le seuil d'écoulement (τ_c), tout comme le module élastique (G'), en fonction de la teneur en matière solide est modélisable par une loi de puissance de type (43) et (44) quelle que soit la teneur en matière organique.

$$\tau_c = \alpha \cdot (TS - TS_0)^n \quad (43)$$

$$G' = \beta \cdot (TS - TS_0)^m \quad (44)$$

Où α , β , n , m et TS_0 sont les paramètres des modèles.

La valeur de TS_0 varie avec la teneur en matière organique de la matière solide. Les valeurs issues des modèles (43) et (44) montrent que TS_0 augmente lorsque la teneur en matière organique diminue, c'est-à-dire que le seuil apparait pour une concentration solide d'autant plus faible que la boue est riche en matière organique. Cependant, sa valeur est globalement indépendante de l'histoire mécanique (Tableau 5). De plus, sa valeur déterminée avec le modèle d'évolution du module élastique (44) est identique à celle déterminée avec celui du seuil d'écoulement (43). Cela est conforme à sa définition puisque TS_0 est considérée comme la teneur en matière solide minimale à partir de laquelle le matériau admet une contrainte seuil d'écoulement.

Par ailleurs, les paramètres α , β , n et m évoluent de manière anarchique (Tableau 5) : aucune corrélation claire n'est établie entre ces paramètres et la teneur en matière organique ou l'histoire mécanique.

MO (% TS)	Etat	$\tau_c = \alpha \cdot (TS - TS_0)^n$			$G' = \beta \cdot (TS - TS_0)^m$		
		α	n	TS_0	β	m	TS_0
69	Initial	0,00106	5,741	1,78	0,00509	4,994	1,95
50		0,0703	3,434	3,21	0,3458	3,794	3,15
34		0,00548	4,112	4,92	9,8E-4	5,558	4,63
15		5,6E-4	4,334	9,16	2E-5	6,484	9,85
69	Au plateau	0,00174	5,29	1,92	Valeurs non-déterminées		
50		0,0277	3,621	3,19			
34		0,00298	4,163	4,63			
15		6,4E-4	4,031	8,75			

Tableau 5 : Récapitulatif des valeurs des paramètres des modèles (40) et (41) déterminés pour les deux états limites du matériau.

Par conséquent, l'évolution des caractéristiques solides des boues – déterminées avec le seuil d'écoulement et le module élastique – est à la fois dépendante de la teneur en matière solide et de la composition de la matière solide. De fait, puisque la composition des boues varie avec leur origine et les traitements subis, la teneur en matière solide seule ne permet pas de catégoriser leurs propriétés

solides. Il apparaît donc nécessaire de prendre en compte la part de la matière organique dans la matière solide.

3.1.3 Impact du temps de repos

Après sa mise en place dans le rhéomètre, chaque échantillon est stabilisé à 20 °C et son module élastique évalué, avant tout précisaillement. A ce stade, les mesures montrent que pour tous les échantillons le module élastique n'évolue pas ou très peu (Figure 51). Dans tous les cas, il atteint un plateau maximum qui signifie que le matériau a atteint son niveau de structuration maximal.

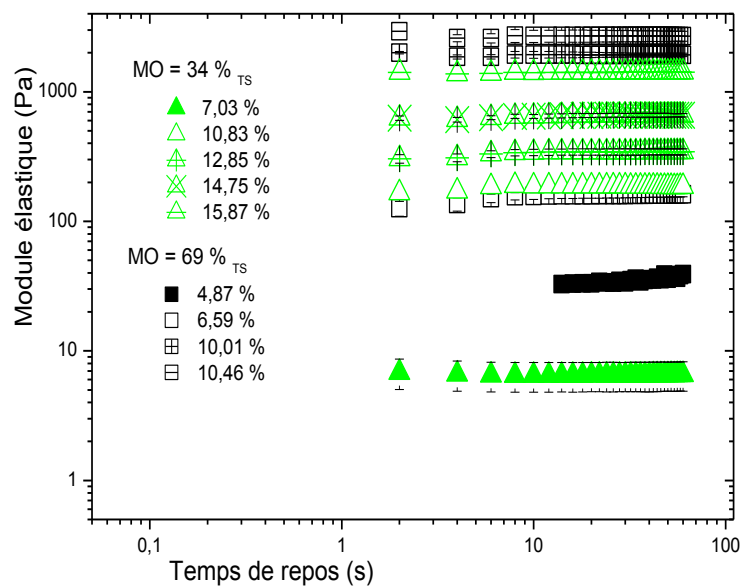


Figure 51 : Evolution du module élastique en fonction du temps de repos pour différentes teneurs en matière solide (TS) et teneurs en matière organique (MO). Les deux axes sont en échelle logarithmique.

Par la suite, les échantillons sont fortement cisailés jusqu'à atteindre la viscosité de référence fixée. On observe alors que le module élastique augmente avec le temps de repos (Figure 52). La restructuration est lente : au bout d'une heure de repos, le module n'a pas atteint la valeur maximale au plateau.

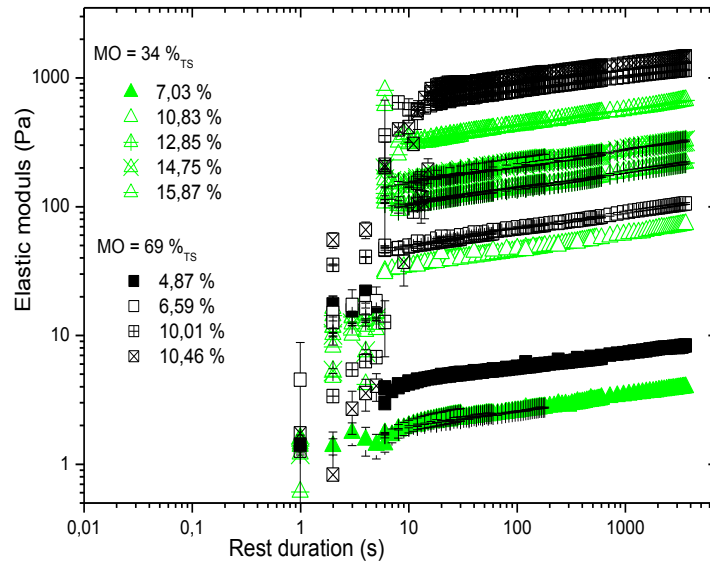


Figure 52 : Evolution du module élastique en fonction du temps de repos après le précisaillement du matériau jusqu'à l'état de référence. Les deux axes sont en échelle logarithmique.

Par ailleurs, par simple adimensionnement du module élastique et du temps de repos respectivement par un module caractéristique et un temps caractéristique, une seule courbe maîtresse est obtenue après une phase transitoire pour toutes les teneurs en matière solide et teneurs en matière organique (Figure 53). La durée de la phase transitoire augmente très légèrement avec la teneur en matière solide et est de l'ordre de quelques dizaines de secondes. Il apparaît donc que, après cette période transitoire, la cinétique d'évolution du module élastique en fonction du temps de repos est identique quelles que soient la teneur en matière solide et la teneur en matière organique de la matière solide.

La courbe maîtresse obtenue est une loi de puissance de type :

$$\frac{G'}{G'_0} = \left(\frac{t}{\chi}\right)^k \quad (45)$$

Où G'_0 et χ sont respectivement un module élastique caractéristique et un temps caractéristique.

L'indice de puissance k est un paramètre du modèle.

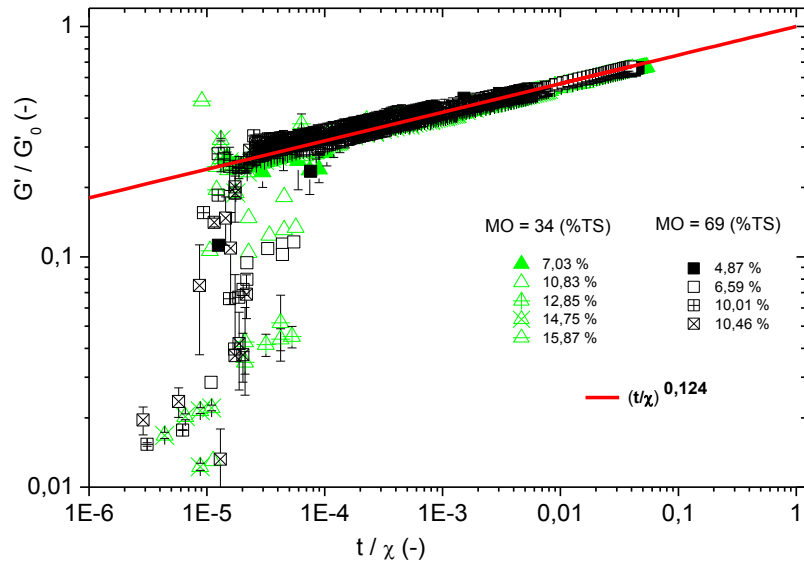


Figure 53 : Evolution du module élastique adimensionné en fonction du temps de repos adimensionné après le précisaillement du matériau jusqu'à l'état de référence.

Les valeurs obtenues à partir du modèle (45) montrent que la valeur de G'_0 est quasiment identique à celle obtenue lorsque le module élastique atteint son plateau maximum, c'est-à-dire à la valeur correspondant à l'état initial du matériau (Figure 54). Le paramètre χ est alors considéré comme le temps de repos au bout duquel le module élastique atteint la valeur maximale G'_0 (Tableau 6).

Caractéristiques		Modèle : $\frac{G'}{G'_0} = \left(\frac{t}{\chi}\right)^k$		
MO (% TS)	TS (%)	G'_0 (Pa)	χ (heure)	k (-)
34	7.03	5.91	18.60	0.124
	10.83	110.89	24.45	0.126
	12.85	335.28	26.26	0.129
	14.75	609.76	126.43	0.128
	15.87	1295.05	183.37	0.127
69	4.87	12.66	21.91	0.124
	6.59	158.91	25.32	0.124
	10.01	2301.25	177.92	0.125
	10.46	2817.31	192.12	0.119

Tableau 6 : Paramètres du modèle (45) d'évolution du module élastique en fonction du temps de repos.

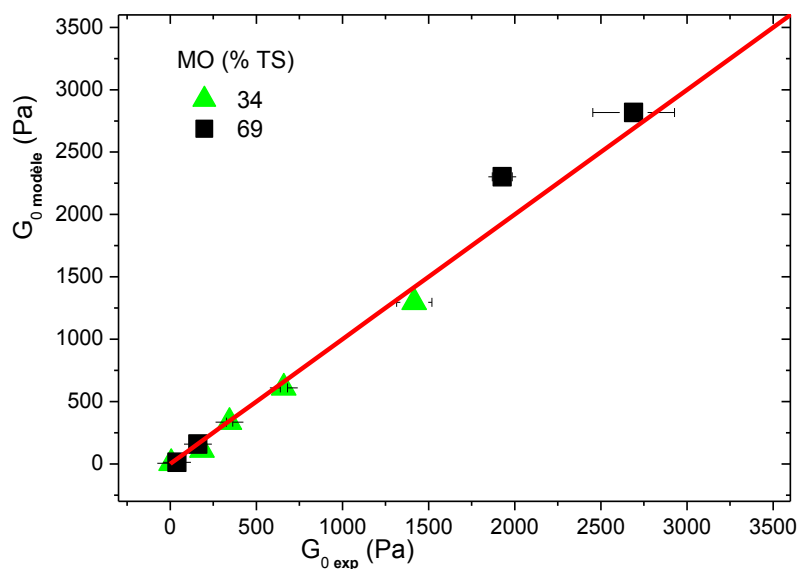


Figure 54 : Comparaison entre les valeurs expérimentales ($G'_{0\text{ exp}}$) et celles du modèle (45) ($G'_{0\text{ modèle}}$) du module élastique maximal du matériau. Le trait rouge est la fonction $G'_{0\text{ modèle}} = G'_{0\text{ exp}}$.

3.1.4 Influence des caractéristiques de la boue

Tout comme l'histoire mécanique, le temps de repos ne change pas le modèle d'évolution des propriétés solides de la boue avec la teneur en matière solide. En effet, le module élastique en fonction de la teneur en matière solide, et pour toute teneur en matière organique, est modélisable par le modèle (44) quel que soit le temps de repos (Figure 55).

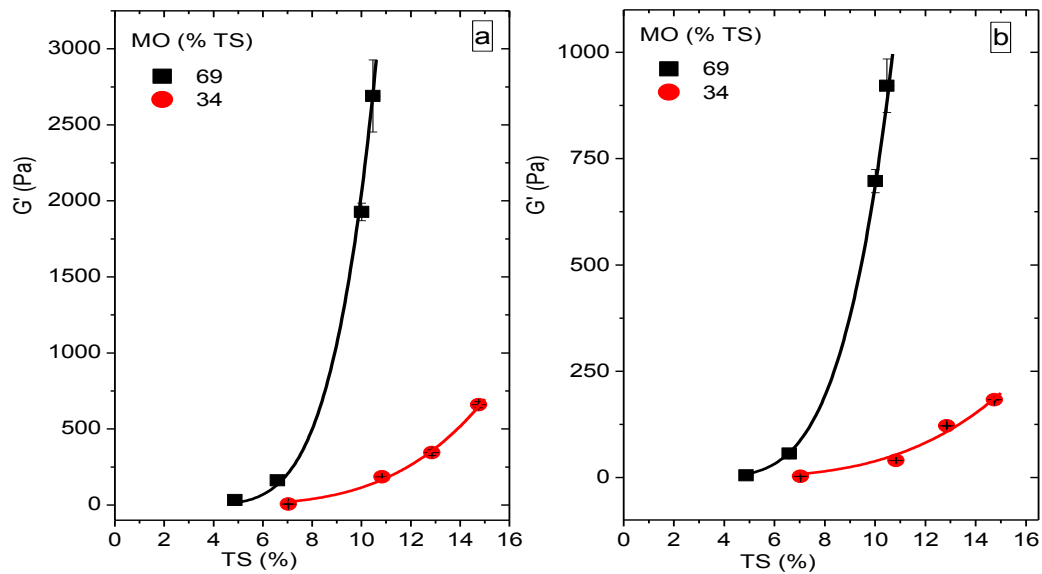


Figure 55 : Module élastique en fonction de la teneur en matière solide pour différentes teneurs en matière organique. Les valeurs du module élastique sur la figure a), sont celles déterminées lorsqu'aucun cisaillement n'est appliqué (à l'état initial). Les valeurs du module élastique sur la figure b) sont celles correspondant à 30 secondes de repos après que le matériau soit cisailé jusqu'à atteindre sa viscosité de référence. Les traits continus sont les représentations du modèle (44). Les valeurs des paramètres du modèle sont reportées dans le Tableau 7.

Cependant, les paramètres β et m de ce modèle sont dépendants du temps de repos du matériau (Tableau 7) : plus le temps de repos est long, plus β diminue et plus m augmente. Le temps de repos impactant l'état structural des matériaux thixotropes, cela indique que ces deux paramètres sont liés à la microstructure du matériau, ce qui est en accord avec les suggestions de la littérature (Roche et al. 2009, Baudez et al. 2011).

$G' = \beta \cdot (TS - TS_0)^m$			
Temps de repos (s)	β	m	TS_0
30	0.184	3.994	1.865
60	0.181	4.099	1.865
180	0.095	4.142	1.865
600	0.083	4.307	1.865
3600	0.069	4.276	1.865
Structure maximale	0.058	4.993	1.865

Tableau 7 : Paramètres du modèle (8) pour différents temps de repos. La valeur de TS_0 est fixée en moyennant ses valeurs reportées sur le Tableau 5. La structure maximale correspond à l'état du matériau lorsqu'aucun cisaillement n'est appliqué, ce qui correspond à la valeur maximale du module élastique. Ces données concernent la boue contenant 69 % de matière organique dans la matière solide.

3.2 Evolution de la viscosité infinie

Aux taux de cisaillement les plus élevés, les courbes d'écoulement deviennent linéaires, ce qui signifie que le plateau Newtonien est atteint. De plus, le taux de cisaillement à partir duquel ce plateau Newtonien est atteint dépend à la fois de l'histoire mécanique du cisaillement, de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique de la matière solide (Figure 56).

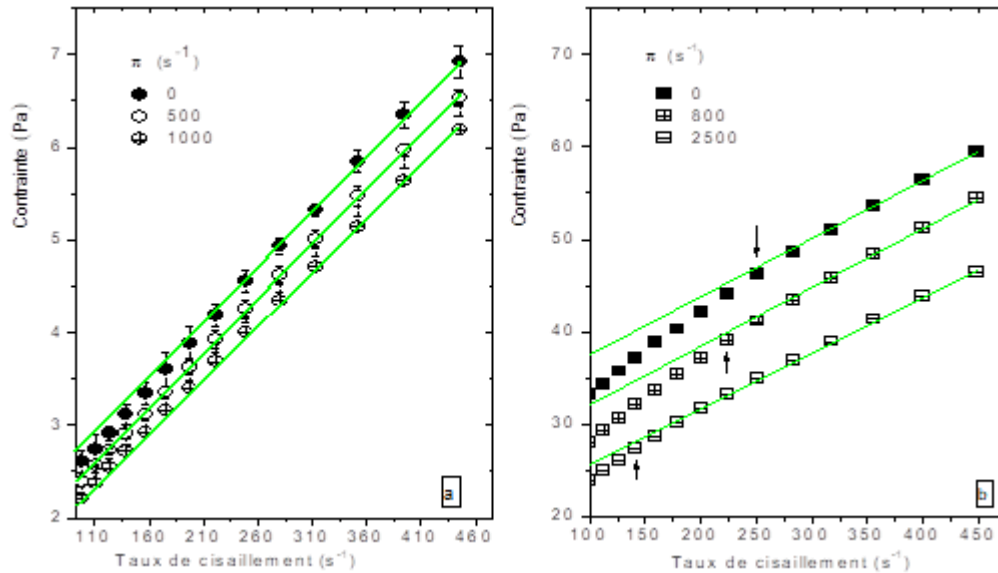


Figure 56 : Courbes d'écoulement dans les hauts taux de cisaillement pour différentes histoires mécaniques subies par la boue. Les figures a) et b) représentent les courbes d'écoulement pour des teneurs en matière solide respectives de 5,09 % et de 12,84 %. La teneur en matière organique est de 34 % dans les deux cas. Chaque ligne verte représente une fonction linéaire dont la pente est la viscosité infinie. Les fléchettes verticales sur la figure b) montrent schématiquement le taux de cisaillement à partir duquel la courbe d'écoulement coïncide avec la fonction linéaire.

Cependant, pour une teneur en matière solide et une teneur en matière organique données, une fois le régime Newtonien atteint, toutes les courbes d'écoulement ont une même pente qui représente la viscosité infinie de la boue : l'histoire mécanique ou le temps de repos n'impactent pas la viscosité infinie (Figure 57 et Figure 58). La viscosité infinie est donc un paramètre rhéologique intrinsèque à la boue, qui n'est pas affecté par la thixotropie.

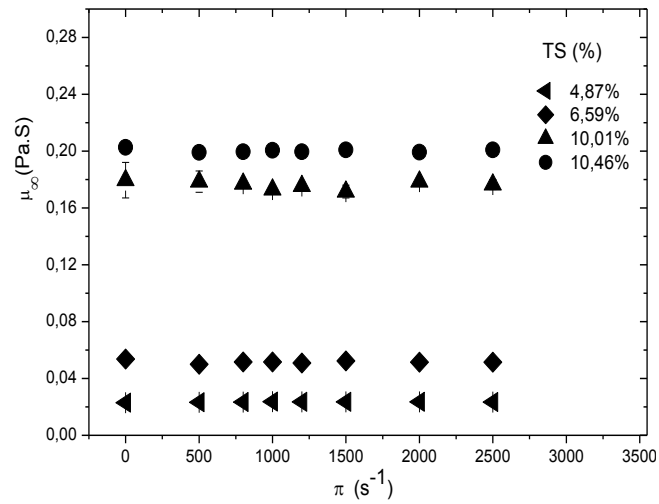


Figure 57 : Viscosité infinie en fonction de l’histoire mécanique de la boue selon différents teneurs en matière solide. La teneur en matière organique de la matière solide est de 69 %.

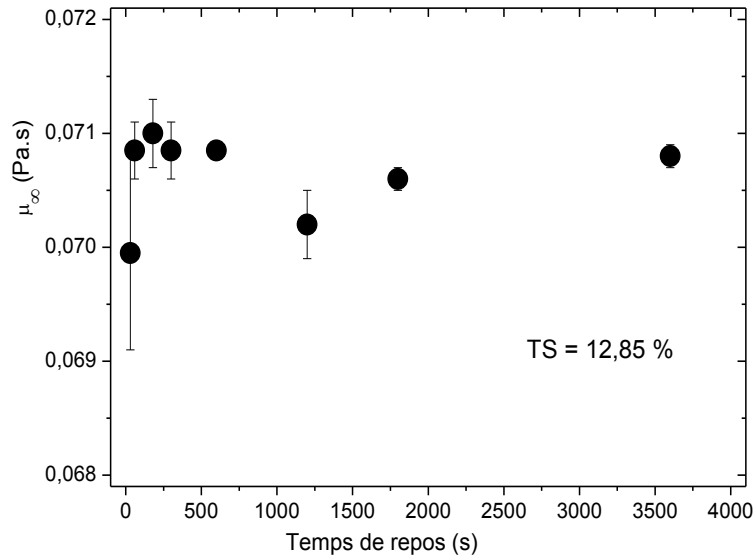


Figure 58 : Viscosité infinie selon le temps de repos de la boue. La teneur en matière organique représente 34 % de la teneur en matière solide (TS).

Par ailleurs, comme le module élastique ou le seuil d’écoulement, la viscosité infinie augmente avec la teneur en matière solide. Elle augmente également avec la teneur en matière organique pour une teneur en matière solide donnée (Figure 59).

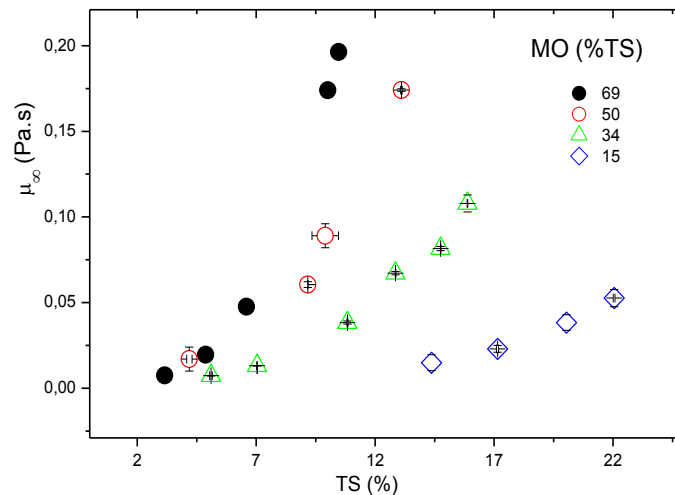


Figure 59 : Viscosité infinie en fonction de la teneur en matière solide pour différents teneurs en matière organique de la matière solide.

4 Discussion

L'objectif de ce chapitre est de déterminer l'influence de la thixotropie sur l'évolution des propriétés rhéologiques des boues ainsi que le rôle de la matière organique dans cette évolution. Pour ce faire, une analyse a été effectuée sur le module élastique, le seuil d'écoulement et la viscosité infinie en distinguant les effets temporels de ceux engendrés par le cisaillement ou l'histoire du cisaillement qui sont les deux composantes de la thixotropie.

L'histoire mécanique et le temps de repos influencent de manière similaire le module élastique et le seuil d'écoulement. Ces deux paramètres rhéologiques étant des paramètres solides, cela montre que le caractère solide des boues est dépendant de la thixotropie.

D'un point de vue physique, la thixotropie résulte de la rupture entre particules agrégées du matériau sous cisaillement et de leur réagrégation au repos (Coussot et al. 2002, Quemada 2008).

En effet, un matériau thixotrope évolue entre deux états limites : un état de structuration maximale pendant le repos et un état de déstructuration maximale en écoulement. Dans le cas des boues, l'état de structuration maximal de la boue correspond à son état au repos. Cela s'est vérifié par une atteinte rapide d'un plateau maximal du module élastique juste après la mise en place de l'échantillon dans le rhéomètre.

Après avoir été fortement cisailée, le niveau de structuration de la boue devient faible. Le matériau évolue alors avec le temps de repos vers son état initial. Il peut retrouver son état initial au bout d'une durée de repos suffisante : plus l'intensité du cisaillement est élevée, plus la durée du repos pour atteindre l'état initial est longue. Ceci est en accord avec les observations de la littérature (Khalkhal and Carreau 2012, García et al. 2015). En effet, dans un premier temps, les expérimentations montrent que les boues sont complètement restructurées en peu de temps en raison du très faible cisaillement

induit par la mise en place de l'échantillon. Dans un deuxième temps, lorsque la boue est fortement cisailée, son état de structuration induit est plus faible et la boue a besoin de temps pour être complètement restructurée. En imposant une même durée (courte) de repos, le niveau de déstructuration devient de plus en plus important avec l'intensité croissante du précisaillement. En fonction de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique des boues, la déstructuration atteint un plateau.

Une fois ce plateau atteint, toute histoire mécanique ultérieure matérialisée par le précisaillement n'a plus d'influence sur le niveau de déstructuration du matériau. On peut alors considérer que les effets accumulés de l'histoire mécanique sur la structure sont totalement oubliés. Du point de vue rhéologique, un plateau de déstructuration se traduit par le fait que le module élastique et la contrainte seuil ne peuvent plus descendre en dessous d'une valeur limite minimale. Cette valeur limite minimale a pu être observée lorsque la boue est faiblement concentrée et / ou contient une faible proportion de matière organique.

Cela peut être expliqué en considérant que le réseau de particules est faiblement structuré, avec des agrégats fragiles lorsque la teneur en matière solide est faible (Azeredo et al. 1999, Gómez-Suárez et al. 2002), ce qui permet de facilement et de totalement déstructurer le matériau. Par conséquent, dès lors que la teneur en matière solide est faible, un précisaillement intense permet de déstructurer totalement le matériau et d'assurer une indépendance des propriétés rhéologiques à l'histoire mécanique. À l'inverse, une teneur en matière solide plus élevée signifie des interactions plus fortes entre les particules solides. Or, pour les boues de forte teneur en matière solide, il a été démontré que le module élastique et le seuil n'ont atteint une valeur limite avec l'intensité du précisaillement que lorsque la teneur en matière organique est faible (inférieure à 34 % dans notre cas). Lorsque la teneur en matière solide et la teneur en matière organique sont élevées, le seuil et le module élastique diminuent avec l'intensité de l'histoire mécanique et aucun plateau n'est atteint malgré un précisaillement énergétique. Par conséquent, la matière organique, joue un rôle majeur dans la structure des boues (Mikkelsen and Keiding 2002, Rosenberger et al. 2002, Mori et al. 2008, Baudez et al. 2013) et gouverne la nature thixotropique de celles-ci.

Les caractéristiques thixotropes dépendent donc fortement de la teneur en matière organique, car plus la teneur en matière organique est élevée, plus la boue est thixotrope. Cependant, du point de vue qualitatif, la cinétique des propriétés rhéologiques des boues avec l'histoire mécanique est indépendante de la teneur en matière organique. En effet, en réduisant la contrainte seuil d'écoulement et l'histoire mécanique respectivement par une contrainte seuil caractéristique et une histoire mécanique caractéristique, une courbe maîtresse est obtenue quelle que soit la teneur en matière organique. De même, de façon qualitative, l'évolution des propriétés rhéologiques des boues avec le temps de repos est indépendante de la teneur en matière organique, puisque qu'une courbe maîtresse est également obtenue en réduisant le module élastique et le temps de repos respectivement par un

module élastique caractéristique et un temps caractéristique. Il s'est avéré que le module élastique caractéristique et la contrainte seuil caractéristique correspondent à l'état de structuration maximale du matériau. De plus, le temps caractéristique correspond au temps repos nécessaire au matériau pour revenir à cet état de structuration maximale après avoir subi un cisaillement. Seule l'histoire mécanique caractéristique reste à définir. En revanche, la valeur de l'histoire mécanique caractéristique correspond bien à une réalité physique puisque, comme la contrainte seuil ou le module élastique, l'histoire mécanique caractéristique augmente avec la teneur en matière solide et avec la teneur en matière organique pour une teneur en matière solide donnée. Par conséquent, la cinétique d'évolution de la thixotropie ne dépend que de l'état de structuration maximale et de l'histoire mécanique caractéristique des boues.

D'autre part, il a été montré que la thixotropie affecte les propriétés solides du matériau, mais n'affecte pas ses propriétés liquides. En effet, la viscosité infinie, considérée comme un paramètre rhéologique purement liquide, n'est pas affectée par la thixotropie des boues. Par ailleurs, la viscosité infinie caractérise un régime d'écoulement régi par les interactions hydrodynamiques entre particules solide et le liquide suspendant (Baudez 2001). Par conséquent, la teneur en matière solide n'influence la viscosité infinie que par ces interactions hydrodynamiques. Une explication pourrait s'appuyer sur une augmentation des surfaces de contact entre les particules solides et le liquide environnant (Johnson et al. 1971), qui augmente les interactions liquide-solide et entraîne donc une augmentation de la viscosité. Pour une surface de contact donnée, la nature des particules solide influencerait la nature des interactions. Il a été montré que la viscosité infinie augmente avec la matière organique pour une teneur en matière solide donnée. De fait, contrairement à la matière minérale, la matière organique augmente ces forces d'interaction. Cela démontre que ne prendre en compte que la teneur en matière solide est insuffisant pour étudier l'évolution des paramètres rhéologiques. Le ratio matière organique / matière minérale dans la matière solide est donc d'une importance capitale pour mieux évaluer les propriétés rhéologiques des boues.

5 Conclusion

L'impact de la thixotropie sur les propriétés rhéologiques des boues, en lien avec leur teneur en matière organique a été étudié. L'étude a été réalisée en établissant une méthode de travail permettant de séparer les deux mécanismes constituant les effets thixotropes, qui sont l'augmentation de l'état de structuration du matériau au repos et la diminution de cet état sous cisaillement. Concernant les paramètres rhéologiques, l'accent a été mis sur des paramètres rhéologiques solides, à savoir le module élastique et la contrainte seuil d'écoulement, et sur un paramètre liquide, la viscosité infinie.

Le module élastique et la contrainte seuil d'écoulement sont fortement impactés par la thixotropie. Les deux paramètres sont impactés de façon similaire.

Ils diminuent avec l'intensité de l'histoire mécanique. Pour toutes les boues diluées, un plateau a été atteint quelle que soit la teneur en matière organique. Pour les boues de forte teneur en matière solide, un plateau n'est atteint que dans le cas où la teneur en matière organique est inférieure à 34 % de la matière solide. Cela correspond aux plus faibles teneurs en matière organiques observées avec les boues résiduelles. Au-delà aucun plateau n'est atteint malgré une histoire mécanique intense. D'autre part, le module élastique et la contrainte seuil augmentent avec le temps de repos après que le matériau ait subi une histoire mécanique.

Cependant, la cinétique d'évolution de ces deux paramètres avec l'histoire mécanique ou le temps de repos est similaire pour tous les teneurs en matière solide et teneurs en matière organique de la matière solide. En effet, d'une part, une courbe maîtresse de la contrainte seuil en fonction de l'histoire mécanique est obtenue pour toutes les teneurs en matière solide et teneurs en matière organique. D'autre part, une courbe maîtresse du module élastique en fonction du temps de repos est obtenue pour toutes les teneurs en matière solide et teneurs en matière organique. Concernant l'histoire mécanique, la cinétique d'évolution des propriétés rhéologiques est gouvernée par l'état de structuration maximale et une histoire caractéristique du matériau. Concernant le temps de repos, au-delà d'un temps transitoire très faible (au plus quelques dizaines de secondes), la cinétique d'évolution des propriétés rhéologiques est gouvernée par ce seul état de structuration maximal.

Cependant, contrairement au module élastique et à la contrainte seuil, la viscosité infinie n'est pas impactée par le caractère thixotrope des boues. En revanche, tout comme le module élastique et à la contrainte seuil, elle dépend à la fois de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique de la matière solide. En effet, le module élastique, la contrainte seuil et la viscosité infinie augmentent avec la teneur en matière solide. Pour une teneur en matière solide donnée, ces trois paramètres augmentent tous avec la teneur en matière organique.

Par conséquent, quelles que soient les caractéristiques (solides ou liquides) des boues, la teneur en matière solide seule est nécessaire mais n'est pas suffisante. Il apparaît donc primordial de tenir en compte du ratio matière organique / matière minérale dans la teneur en matière solide, surtout lorsqu'il s'agit de suivre des procédés tels que la digestion qui modifient en permanence ce ratio. S'agissant des caractéristiques solides, la prise en compte de la thixotropie est fondamentale pour modéliser la rhéologie des boues.

6 Références bibliographiques

- Apha, A. and WPCF (1985). "Standard methods for the examination of water and wastewater." American Public Health Association **16**: 445-446.
- Azeredo, J., J. Visser and R. Oliveira (1999). "Exopolymers in bacterial adhesion: interpretation in terms of DLVO and XDLVO theories." Colloids and Surfaces B: Biointerfaces **14**(1-4): 141-148.
- Baudez, J. C. (2001). "Rhéologie et physico-chimie des boues résiduares pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage." THESE à l'Ecole nationale du génie rural, des eaux et des forêts.
- Baudez, J. C. (2008). "Physical aging and thixotropy in sludge rheology. ." Applied Rheology **18**(1): 13495.
- Baudez, J. C., R. K. Gupta, N. Eshtiaghi and P. Slatter (2013). "The viscoelastic behaviour of raw and anaerobic digested sludge: strong similarities with soft-glassy materials." Water Res **47**(1): 173-180.
- Baudez, J. C., F. Markis, N. Eshtiaghi and P. Slatter (2011). "The rheological behaviour of anaerobic digested sludge." Water Res **45**(17): 5675-5680.
- Coussot, P., J. S. Raynaud, F. Bertrand, P. Moucheron, J. P. Guilbaud, H. T. Huynh, S. Jarny and D. Lesueur (2002). "Coexistence of liquid and solid phases in flowing soft-glassy materials." Phys Rev Lett **88**(21): 218301.
- García, M. C., M. C. Alfaro and J. Muñoz (2015). "Yield stress and onset of nonlinear time-dependent rheological behaviour of gellan fluid gels." Journal of Food Engineering **159**: 42-47.
- Gómez-Suárez, C., J. Pasma, A. J. van der Borden, J. Wingender, H. C. Flemming, H. J. Busscher and H. C. Van der Mei (2002). "Influence of extracellular polymeric substances on deposition and redeposition of *Pseudomonas aeruginosa* to surfaces." Microbiology **148**(4): 1161-1169.
- Johnson, K. L., K. Kendall and A. D. Roberts (1971). "Surface energy and the contact of elastic solids." Proc. R. Soc. Lond. A **324**(1558): 301-313.
- Khalkhal, F. and P. J. Carreau (2012). "Critical shear rates and structure build-up at rest in MWCNT suspensions." Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics **171-172**: 56-66.
- Markis, F., J.-C. Baudez, R. Parthasarathy, P. Slatter and N. Eshtiaghi (2014). "Rheological characterisation of primary and secondary sludge: Impact of solids concentration." Chemical Engineering Journal **253**: 526-537.
- Mikkelsen, L. H. and K. Keiding (2002). "Physico-chemical characteristics of full scale sewage sludges with implications to dewatering." Water Res **36**: 2451-2462.
- Mori, M., J. Isaac, I. Seyssiecq and N. Roche (2008). "Effect of measuring geometries and of exocellular polymeric substances on the rheological behaviour of sewage sludge." Chemical Engineering Research and Design **86**(6): 554-559.
- Nguyen, Q. D. and D. V. Boger (1985). "Thixotropic behaviour of concentrated bauxite residue suspensions." Rheologica Acta **24**(4): 427-437.

Ovarlez, G'. and X. Chateau (2008). " Influence of shear stress applied during flow stoppage and rest period on the mechanical properties of thixotropic suspensions." *Physical Review E* **77**(6): 061403.

Quemada, D. (2008). " Aging, rejuvenation and thixotropy in complex fluids. Time-dependence of the viscosity at rest and under constant shear rate or shear stress." arXiv preprint arXiv:0808.3355.

Roche, C. M., C. J. Dibble, J. S. Knutsen, J. J. Stickel and M. W. Liberatore (2009). "Particle concentration and yield stress of biomass slurries during enzymatic hydrolysis at high-solids loadings." *Biotechnology and Bioengineering* **104**(2): 290-300.

Rosenberger, R., K. Kubin and M. Kraume (2002). "Rheology of activated sludge in membrane bioreactors." *Engineering in Life Sciences* **2** (9): 269-275.

Tabuteau, H., P. Coussot and J. C. Baudez (2006). "a new approach to the thixotropic behaviour of sewage sludge." *Journal of Residuals Science and Technology* **3**(4): 233-240.

Tattersall, G'. H. (1954). *The rheology of cement pastes, fresh mortars and concretes*, University of London

Chapitre 5 : Classification rhéologique des boues résiduaire

1 Introduction

Dans le chapitre 4, l'influence de la thixotropie sur l'évolution rhéologique des boues a été étudiée, et une attention particulière a été portée au rôle de la matière organique. Les résultats obtenus ont montré que seules les caractéristiques solides sont impactées par la thixotropie. Il a surtout été démontré que l'importance de la thixotropie est intrinsèquement liée à la teneur en matière organique de la matière solide. Cependant, avec ou sans thixotropie, tous les paramètres rhéologiques dépendent à la fois de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique de la matière solide qui est généralement différente d'une boue à une autre. Par conséquent, même pour une boue donnée, à un instant donné, la seule connaissance de la teneur en matière solide des boues est insuffisante pour modéliser le comportement rhéologique. Or, pour optimiser les procédés tout au long de la filière, et piloter les traitements, il importe de contrôler voire anticiper le comportement rhéologique. Il apparaît donc nécessaire de définir d'autres critères, plus pertinents, permettant de mieux distinguer les propriétés rhéologiques des boues.

Dans ce chapitre-ci, il sera d'abord question de fournir un critère plus adapté que la teneur en matière solide pour caractériser la consistance des boues et ensuite d'apporter des descripteurs de leur comportement permettant de dégager une typologie des boues. Une caractéristique, appelée consistance équivalente, plus robuste que la teneur en matière solide a été définie pour répondre à ces objectifs.

2 Matériels et méthodes

2.1 Préparation des échantillons

Une méthodologie a été développée dans le chapitre 4 pour faire varier quantitativement le ratio matière organique / matière minérale. Cela a permis de modifier la teneur en matière organique de la matière solide entre 15 et 69 % pour des teneurs en matière solide variant entre 3 et 22 %. Les échantillons issus de cette méthodologie constituent nos échantillons de référence, pour lesquels seule la quantité de matière organique est variable pour une matière solide donnée.

Pour tenir compte de la nature variable des boues, d'autres échantillons ont été régulièrement prélevés dans plusieurs stations d'épuration, sur une période de deux ans. Ces échantillons sont représentatifs de la majeure partie des procédés de traitement des boues que l'on trouve en France. Leur teneur moyenne en matière solide et leur teneur moyenne en matière organique dans le solide ont été déterminées (Tableau 8). Etant issus de différents procédés de traitement, la matière organique varie donc en quantité et en qualité d'un échantillon à un autre. Les données expérimentales issues de ces analyses sont utilisées et confrontées avec celles obtenues avec les échantillons de référence cités plus hauts.

Type de boue	Teneur en matière solide TS (%)	Teneur en matière organique (% TS)	Type de boue	Teneur en matière solide TS (%)	Teneur en matière organique (% TS)
Secondaire (S)	7,18	73,12	Mixte (P+S)	3,08	76,30
	6,75	69,34		3,88	73,97
	5,56	68,50		3,26	60,42
	5,04	74,01		3,29	64,74
	4,92	74,80		2,82	77,66
	0,65	60,00		2,46	71,14
	5,77	63,78	Digérée	3,35	55,82
	5,67	62,61		3,40	54,71
	3,79	69,92		2,39	70,29
	-	-		3,10	71,94
	-	-		1,90	60,53
	-	-		2,11	58,29
	-	-		2,01	67,16
	-	-		2,21	59,27
	-	-		2,94	59,52

Tableau 8 : Caractéristiques des échantillons issus des prélèvements en station d'épuration. La boue de type mixte est le mélange entre les boues primaires (P) et secondaires (S).

Un gel commercial non-thixotrope de type Carbopol® fréquemment utilisé comme modèle des boues a également été choisi pour consolider notre analyse. Plusieurs échantillons ont été obtenus par dilution de ce gel. Après dilution, de fines particules de matière minérale issues des boues, d'un diamètre inférieur à 250 µm, ont été ajoutées aux échantillons dilués pour varier le ratio Carbopol® / particules de matière minérale (Tableau 9). Cette méthode de dilution est par ailleurs la même que celle utilisée pour faire varier le ratio matière organique / matière minérale des boues de référence.

Teneur en Carbopol® de la matière solide (% TS)	100	60	50	25
Teneur en matière solide TS (%)	7,04	13,24	12,37	24,30
	5,66	8,61	9,71	20,86
	3,57	6,30	8,25	19,39
	2,39	5,42	6,05	16,63
	1,83	3,22	4,11	12,56
	1,54	2,56	3,16	-
	1,29	2,22	1,04	-
	1,11	-	-	-
	0,97	-	-	-

Tableau 9 : Caractéristiques des échantillons dilués à partir du mélange Carbopol® / matière minérale.

2.2 Mesures

Pour éviter des gradients de température au sein des échantillons, toutes les mesures ont été effectuées à 20 °C après une étape de stabilisation de 5 minutes. Afin de vérifier la répétabilité des résultats, toutes les mesures ont été effectuées au moins en double.

Pour obtenir des informations supplémentaires sur le rôle de la matière organique, la densité des échantillons de référence a été mesurée à l'aide d'un densimètre de marque AntonPaar (nom DMATM 501). Son incertitude de mesure de la densité est de 0.001 g / cm³. Par la suite, des mesures rhéologiques ont été effectuées sur la base du protocole expérimental établi dans le chapitre 4.

3 Résultats et discussion

3.1 Relation entre le module élastique et le seuil d'écoulement

Par une méthode d'adimensionnement, il a été montré au chapitre 4 que la cinétique d'évolution des propriétés solides des boues en fonction des effets de la thixotropie est identique pour toute teneur en matière solide et teneur en matière organique de la matière solide. A travers la relation entre le module élastique et le seuil d'écoulement, il est également possible d'évaluer cette cinétique (Fusier et al. 2018). La relation entre ces deux paramètres permet de comprendre l'évolution de l'état de la microstructure du matériau sous différentes conditions. Ainsi, la variation du temps de repos et de l'histoire mécanique a permis de faire varier l'état de la microstructure du matériau et d'établir l'évolution du seuil d'écoulement en fonction du module élastique.

L'établissement de cette évolution concerne d'abord les boues de différents teneurs en matière solide et teneurs en matière organique de la matière solide. Pour ces boues, le seuil d'écoulement en fonction du module élastique est représenté sur Figure 60. Dans tous les cas, le seuil d'écoulement en fonction du module élastique est modélisable par une loi de type puissance (46):

$$\tau_c = \delta \cdot G'^{\lambda} \quad (46)$$

Où δ et λ sont les paramètres du modèle.

L'application de ce modèle sur les valeurs expérimentales du seuil en fonction du module élastique montre que δ et λ sont indépendants de la teneur en matière solide et l'évolution du seuil en fonction du module élastique peut se décrire par une unique courbe (Figure 60). Cependant, en analysant plus finement les résultats, on remarque de faibles variations de λ et de δ avec la teneur en matière organique de la matière solide. En effet, λ semble légèrement augmenter avec la teneur en matière organique de la matière solide, alors que δ semble légèrement diminuer avec celle-ci (Tableau 10).

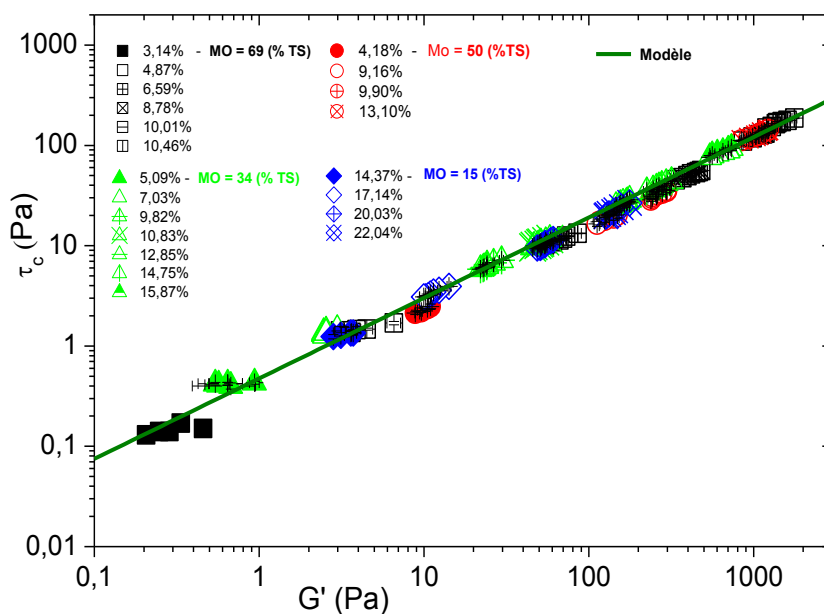


Figure 60 : Relation entre le module élastique et le seuil d'écoulement pour différentes teneurs en matière solide (TS) et teneurs en matière organique dans le solide (MO). Le trait continu représente un modèle de type (46). Les deux axes sont en échelle logarithmique.

Teneur en matière organique (% TS)	δ		λ	
	Moyenne	Erreur	Moyenne	Erreur
68,38	0,297	0,0530	0,868	0,0546
50,03	0,338	0,0309	0,850	0,0231
33,77	0,467	0,0611	0,802	0,0494
14,15	0,578	0,0384	0,733	0,0613

Tableau 10 : Récapitulatif des paramètres du modèle d'évolution du seuil en fonction du module élastique des boues pour différentes teneurs en matière organique dans le solide en suspension.

Une approche similaire a été réalisée sur différentes dilutions d'un gel de Carbopol[®] dont une part de la concentration en Carbopol[®] a été substituée par différentes proportions de particules de matière minérale, ce qui a permis de faire varier la teneur en Carbopol[®] de 25 % à 100 % de la matière solide en suspension. La matière organique des boues formant une matrice de type gel, cette procédure simule l'influence de la teneur en matière organique sur la relation entre le seuil et le module élastique en supposant que les particules de Carbopol[®] en suspension jouent le même rôle que la matière organique dans les boues. Comme dans le cas des boues, les résultats montrent que le seuil en fonction du module élastique est une loi de puissance du même type que le modèle (46) et est unique quelle que soit la teneur en Carbopol[®] (Figure 61). Dans ce cas-là, les valeurs des paramètres du modèle sont indépendantes de la teneur en Carbopol[®] (Tableau 11). Cependant, elles sont différentes de celles obtenues avec les boues, ce qui s'explique aisément par le fait que le gel simule la matière organique des boues, mais n'a pas les mêmes propriétés.

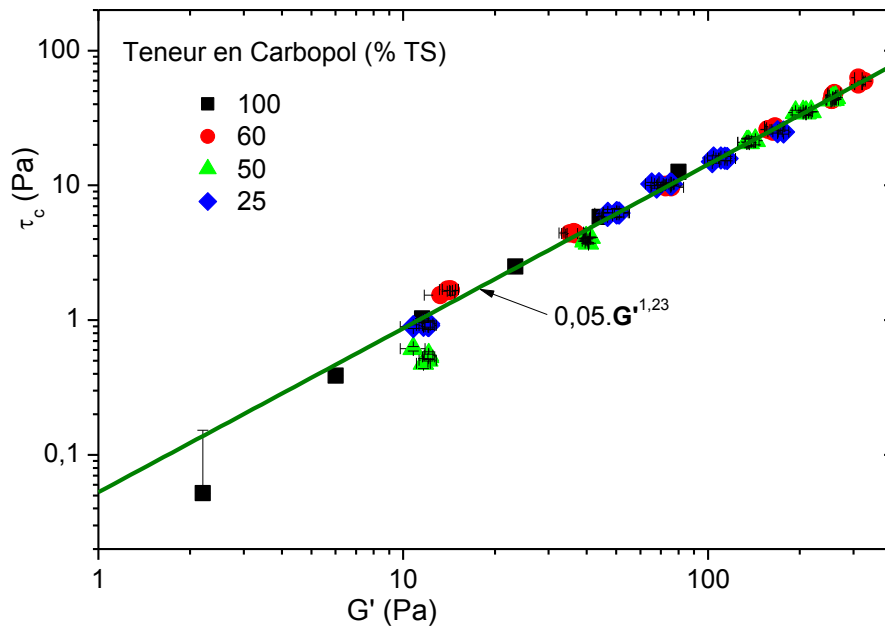


Figure 61 : Relation entre le module élastique et le seuil d'écoulement pour différentes teneurs en Carbopol® de la matière solide. Les deux axes sont en échelle logarithmique.

Teneur en Carbopol® (% TS)	δ	λ
25	0,0509	1,231
50	0,0494	1,262
60	0,0543	1,227
100	0,0519	1,253

Tableau 11 : Récapitulatif des paramètres du modèle d'évolution du seuil en fonction du module élastique de différents rapports Carbopol® / matière minérale.

Les résultats obtenus avec les boues et le matériau modèle permet de considérer une seule cinétique d'évolution des propriétés solides avec la thixotropie quel que soit le mécanisme, c'est-à-dire la restructuration au repos ou la déstructuration sous cisaillement.

En outre, pour un matériau donné, l'obtention d'une relation unique entre le seuil d'écoulement et le module élastique montre que ces deux paramètres rhéologiques sont intrinsèquement liés, autrement dit, déterminer l'un permet de déduire l'autre. Cependant, la différence des paramètres de cette relation entre la boue et le matériau modèle suggère une prise en compte de la nature de la boue pour effectuer cette déduction.

Dans ce qui suit, nous définissons une caractéristique permettant d'évaluer l'influence de la nature des boues sur les paramètres rhéologiques de type liquides ou solides.

3.2 Consistance équivalente : définition à partir des échantillons de référence

Nous avons d'abord évalué l'impact de la part de matière organique dans la matière solide en nous basant sur la densité du matériau. On observe que la variation du ratio matière organique / matière minérale dans le solide modifie la densité du matériau, bien que cette modification reste minime (48). En effet, la densité du matériau diminue avec l'augmentation de la matière organique pour une teneur en matière solide donnée. Cependant, les données n'ont pas permis de dégager une relation claire entre la teneur en matière organique et la densité du matériau.

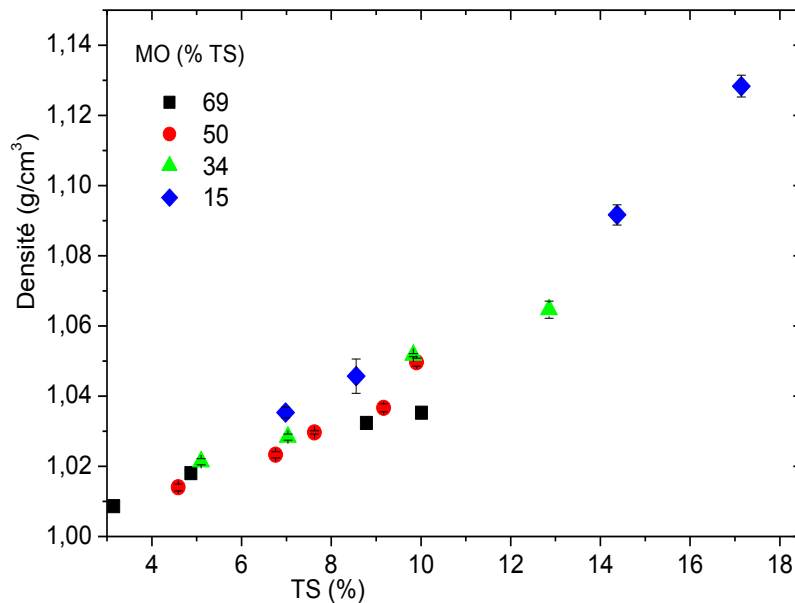


Figure 62 : Densité de la boue en fonction de la teneur en matière solide pour différentes teneurs en matière organique dans le solide.

Les résultats détaillés dans le chapitre 4 ont montré que la viscosité infinie est indépendante des effets de la thixotropie, ce qui fait d'elle un paramètre pertinent pour évaluer l'impact de la composition des boues sur les propriétés rhéologiques. Ainsi, pour les échantillons de la boue de référence, la viscosité infinie a été déterminée puis analysée en fonction de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique de la matière solide (Figure 63). Les résultats montrent que la viscosité infinie est à la fois affectée par la teneur en matière solide (TS) et la teneur en matière organique. En effet, pour une teneur en matière organique donnée, la viscosité infinie augmente si la teneur en matière solide augmente. De même, pour une teneur en matière solide donnée, la viscosité infinie augmente lorsque la teneur en matière organique augmente. Cela signifie que la teneur en matière solide seule ne suffit pas pour comparer des boues ayant des teneurs en matière organique différentes. Par ailleurs, il a déjà été montré que la boue la plus consistante n'est pas forcément celle dont la teneur en matière solide est la plus élevée (Baudez 2001, Spinoso and Wichmann 2004). L'orientation ou l'hétérogénéité des particules a en effet un impact sur la consistance des matériaux (Jeffery 1922, Coussot 2012), mais son

évaluation de façon plus fondamentale s'avère difficile, voire impossible, avec les matériaux comme les boues.

La viscosité infinie étant uniquement influencée par les caractéristiques de la boue, nous nous basons donc sur elle pour définir une caractéristique intrinsèque des boues résiduelles.

Comme le montre la Figure 63, une loi exponentielle de type (47) s'est avérée être le meilleur modèle pour évaluer l'augmentation de la viscosité infinie en fonction de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique de la matière solide. Le même modèle est par ailleurs communément utilisé dans la littérature (Tixier et al. 2003, Guibaud et al. 2004, Baudez *et al.* 2013, Markis et al. 2014).

$$\mu_{\infty} = \mu_0 \cdot e^{b \cdot TS} \quad (47)$$

Le paramètre μ_0 est considéré comme la viscosité du liquide suspendant le solide. Le paramètre b se réfère aux caractéristiques liées au solide.

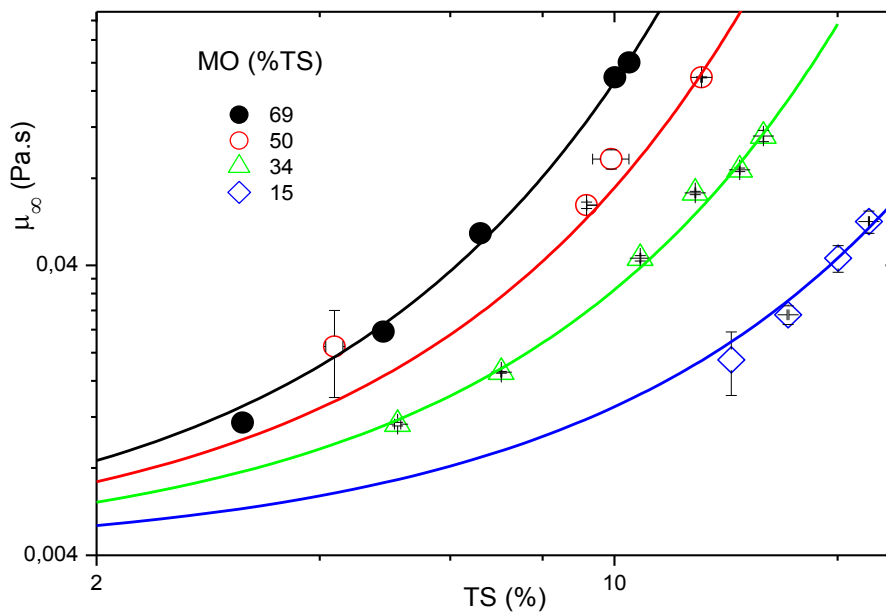


Figure 63 : Viscosité infinie en fonction de la teneur en matière solide (TS) selon différents teneurs en matière organique dans la matière sèche. Les lignes continues sont des fonctions de type $\mu_0 \cdot e^{b \cdot TS}$. Le paramètre μ_0 est la viscosité du liquide suspendant et est une constante dans le cas présent de l'ordre de 4 mPa.s. Le paramètre b varie avec la teneur en matière organique. Les deux axes sont en échelle logarithmique.

La modélisation de la viscosité en fonction des caractéristiques de la boue par le modèle (47) montre une valeur unique de μ_0 quelle que soit la teneur en matière organique qui est ici 4 fois plus élevée que la viscosité de l'eau. Le paramètre b varie linéairement avec la teneur en matière organique (Figure 64) :

$$b = c + d.MO \quad (48)$$

Où c et d sont des constantes expérimentales. Dans notre cas, elles sont respectivement égales à environ 0,0506 et 0,00478.

Considérant la forme exponentielle de l'équation (47), nous définissons la notion de consistance équivalente comme étant le produit $b.TS$ qui peut être interprétée comme une caractéristique intrinsèque permettant de classer les boues : deux boues de composition différente ayant la même consistance équivalente ont la même viscosité infinie (49) :

$$C_{eq} = b.TS \quad (49)$$

C_{eq} est la consistance équivalente.

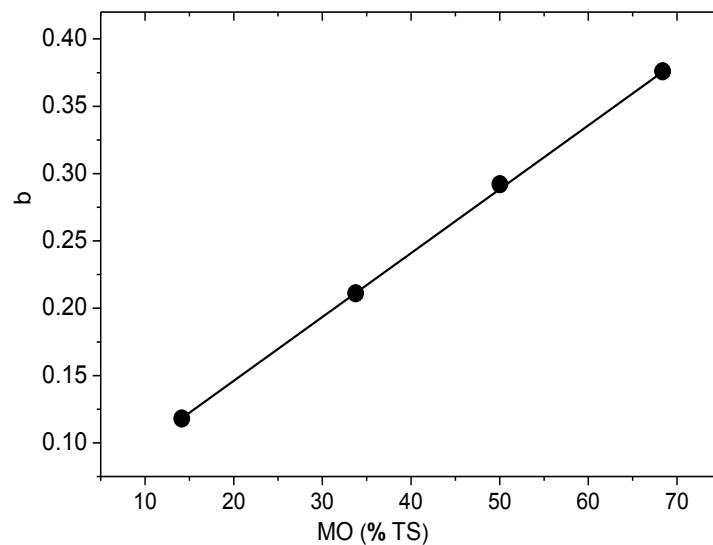


Figure 64 : Relation entre la teneur en matière organique et le paramètre b . Le paramètre b est déterminé par extrapolation du modèle en loi de puissance liant la viscosité infinie et la teneur en matière solide. Le modèle est $\mu_\infty = \mu_0 \cdot e^{b.TS}$, où μ_∞ , μ_0 , TS sont respectivement la viscosité infinie, la viscosité du liquide suspendant le solide and la teneur en matière solide. La ligne continue sur la figure représente l'équation linéaire $0,0506 + 0,00478.MO$.

La viscosité infinie en fonction de la consistance équivalente aboutit à une unique courbe représentée sur la Figure 65, quelle que soit la part de la matière organique dans la matière solide.

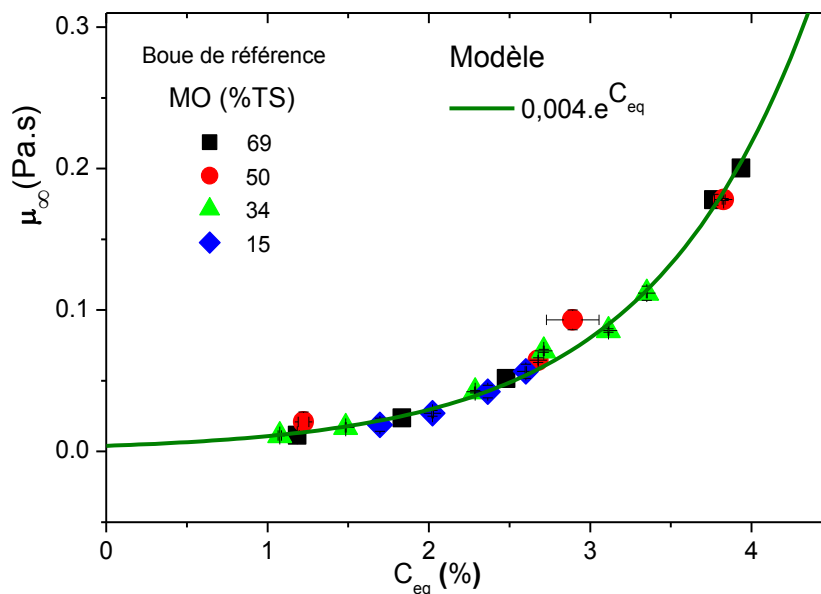


Figure 65 : Viscosité infinie en fonction de la consistance équivalente.

Nous avons donc défini une courbe unique représentée par la relation (50) à partir de laquelle on peut déterminer la consistance équivalente d'une boue connaissant sa viscosité infinie. Cela a été effectué sur les boues de référence, c'est-à-dire celles dont la qualité de la matière organique reste identique pour tout ratio matière organique / matière minérale.

$$\mu_{\infty} = \mu_0 \cdot e^{C_{eq}} \quad (50)$$

Par la suite, nous vérifions la validité de la relation viscosité infinie en fonction de la consistance équivalente avec des boues d'origines différentes.

3.3 Application aux échantillons d'origines différentes

En supposant inchangée la relation entre le paramètre b et la matière organique établie avec les boues de référence, la viscosité infinie en fonction de la consistance équivalente est représentée pour plusieurs échantillons issus de différents traitements et différentes stations d'épuration (Figure 66). On observe que la viscosité infinie en fonction de la consistance équivalente obéit à la même équation (50) établie précédemment.

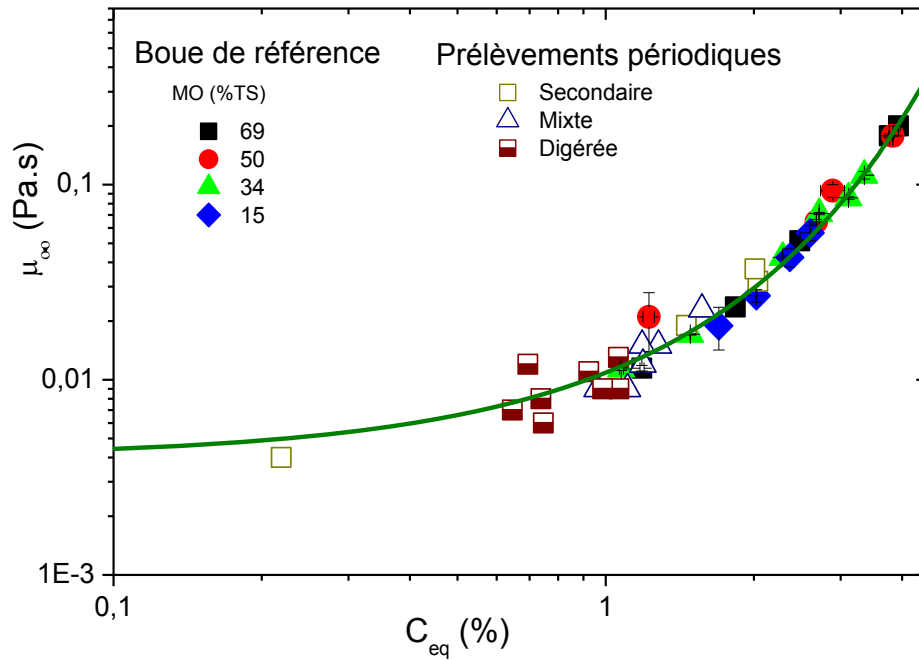


Figure 66 : Viscosité infinie en fonction de la consistance équivalente pour différents types de boues. La ligne continue est un modèle de puissance de type $\mu_0 \cdot e^{C_{eq}}$, μ_0 est égale à 0,004 Pa.s. Les deux axes sont en échelle logarithmique.

Ces résultats montrent que, bien que la nature de la matière organique puisse être différente d'une boue à une autre, il est possible de s'affranchir de l'hétérogénéité de la composition en considérant la consistance équivalente, toutes choses égales par ailleurs.

Contrairement à la viscosité infinie, les paramètres solides tels que le seuil et le module élastique étant fortement influencés par la thixotropie, l'étape suivante consiste à s'assurer que la consistance équivalente telle qu'elle a été définie est valable pour des paramètres solides, sensibles à la thixotropie.

3.4 Relation consistance équivalente - paramètres solides : prise en compte de la thixotropie

3.4.1 Impact de l'histoire mécanique

D'abord, considérons les échantillons issus de la boue de référence. La relation entre le seuil (τ_c) et la consistance équivalente (C_{eq}) est évaluée en fonction de différentes histoires mécaniques du matériau. Ainsi, le seuil augmente avec la consistance équivalente quelle que soit l'histoire mécanique. De plus, l'histoire mécanique ne change pas le modèle d'évolution de cette relation puisqu'une loi de puissance de type (51) est obtenue pour toutes les histoires mécaniques (Figure 67) :

$$\tau_c = \alpha \cdot (C_{eq} - C_{eq0})^p \quad (51)$$

Où p et C_{eq0} sont les paramètres du modèle.

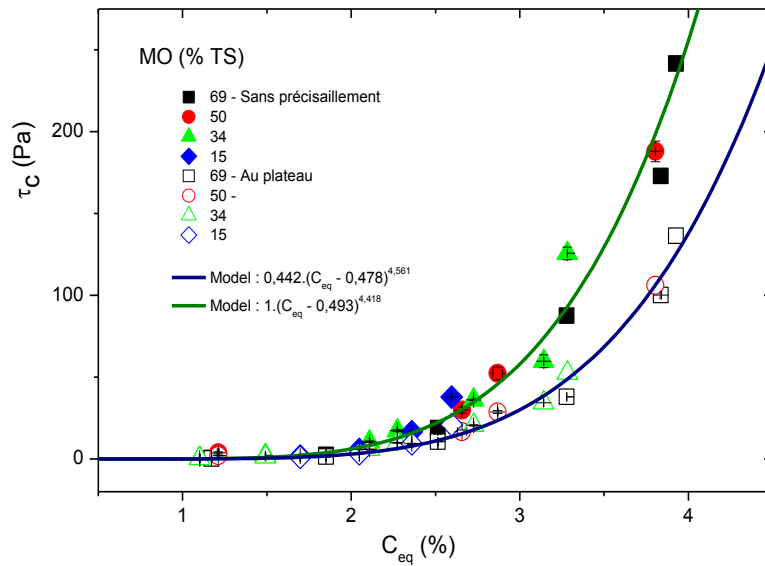


Figure 67 : Contrainte seuil en fonction de la consistance équivalente (C_{eq}) de la boue de référence. Les symboles pleins représentent les données déterminées lorsqu'aucun précisaillement n'est appliqué, ce qui correspond aux valeurs maximales du seuil. Les symboles vides correspondent aux valeurs minimales du seuil. Les traits continus en vert et bleu sont les représentations du modèle (51).

L'extrapolation des données par le modèle (51) montre que le paramètre C_{eq0} est unique pour toutes les histoires mécaniques (Tableau 12). Il est considéré comme la consistance équivalente à partir de laquelle le matériau admet un seuil. Cependant, les paramètres α et p dépendent de l'histoire mécanique : plus l'intensité de l'histoire mécanique est élevée, plus α est faible et plus p est élevé.

$\tau_c = \alpha \cdot (C_{eq} - C_{eq0})^p$			
Histoire mécanique (s ⁻¹)	α	p	C_{eq0}
0	0.997	4.418	0.493
500	0.729	4.407	0.478
1200	0.653	4.425	0.485
2500	0.582	4.411	0.502
Au plateau	0.442	4.561	0.478

Tableau 12 : Evolution des paramètres de fit de la relation seuil – consistance équivalente pour différentes histoires mécaniques. Le plateau indique les valeurs minimales atteintes par le seuil pour un échantillon donné.

Ensuite, la relation entre le seuil (τ_c) et la consistance équivalente (C_{eq}) est évaluée à partir de plusieurs échantillons d'origines différentes. Cette relation est établie en considérant différentes histoires mécaniques du matériau.

Dans une gamme de consistance équivalente, les résultats montrent que le seuil en fonction de la consistance équivalente est une courbe unique quelle que soit l'origine, le type de traitement de

l'échantillon ou l'histoire mécanique (Figure 68). Le seuil en fonction de la consistance équivalente apparaît être indépendant de la composition de la boue, mais dépendant de la thixotropie du matériau.

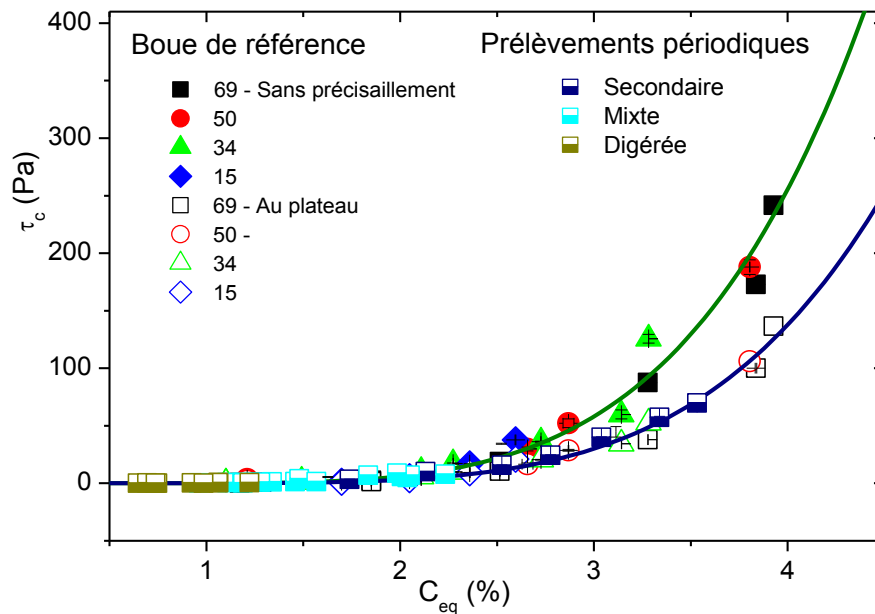


Figure 68 : Contrainte seuil en fonction de la consistance équivalente (C_{eq}) de la boue de référence et des différents échantillons issus des prélèvements dans les stations d'épuration.

3.4.2 Impact du temps de repos

A partir de différents temps de repos, le module élastique en fonction de la consistance équivalente a été également évalué (Figure 69).

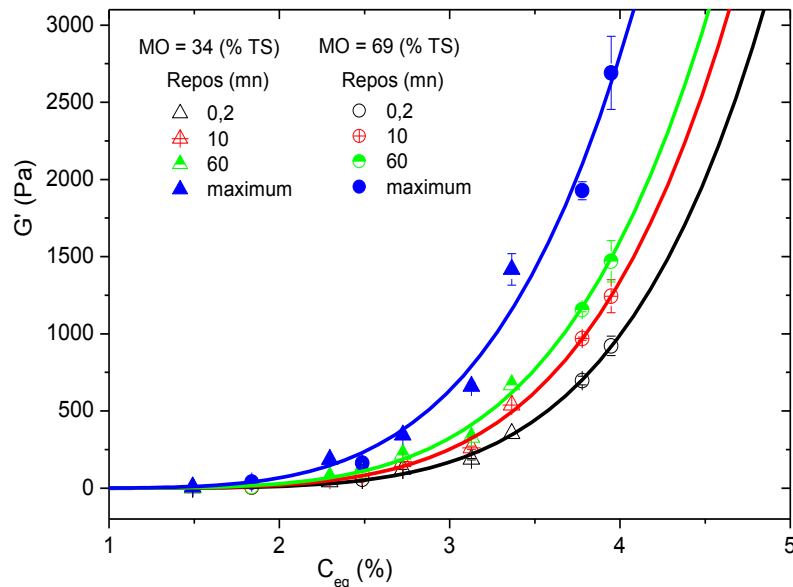


Figure 69 : Module élastique en fonction de la consistance équivalente pour différents temps de repos. Les points nommés « maximum » sont les modules élastiques déterminés lorsque le matériau a une histoire mécanique négligeable. Les traits continus sont les représentations du modèle (52). Voir les paramètres de chaque représentation dans le Tableau 13.

Tout comme le seuil, on observe que le module élastique augmente avec la consistance équivalente, selon l'équation (52) :

$$G' = \beta \cdot (C_{eq} - C_{eq0})^q \quad (52)$$

Le paramètre C_{eq0} est considéré comme la consistance équivalente à partir de laquelle le matériau présente une structure solide, et donc un seuil d'écoulement. De fait, cette valeur est très proche de celle obtenue pour le seuil et est unique quel que soit le temps de repos. Cependant, les paramètres β et q du modèle dépendent du temps de repos. En effet, de façon antagoniste, β augmente tandis que q diminue avec le temps de repos (Tableau 13).

Modèle : $G' = \beta \cdot (C_{eq} - C_{eq0})^q$			
Temps de repos (mn)	β	q	C_{eq0}
0.2	1,261	5,297	0,496
1	1,717	5,099	0,471
3	2,09	5,042	0,489
10	2,455	5,007	0,477
60	3,921	4,776	0,502
Structure maximale	4,032	3,552	0,517

Tableau 13 : Paramètres du modèle d'évolution du module élastique en fonction de la consistance équivalente pour différents temps de repos. Le terme « structure maximale » correspond à l'état du matériau lorsque l'histoire mécanique est considérée comme négligeable.

Ces résultats montrent qu'il est possible de prédire les propriétés solides en ne considérant que la consistance équivalente qui permet de s'affranchir de l'hétérogénéité de la composition. Cependant, au-delà d'une certaine consistance équivalente, la relation entre un paramètre rhéologique de type solide et celle-ci doivent être couplée aux effets de la thixotropie.

3.4.3 Limites d'influence de la thixotropie

Lorsque la consistance est suffisamment faible, on observe que, pour tous les échantillons, la relation seuil-consistance équivalente décrit une unique courbe quelle que soit l'histoire mécanique (Figure 68). Il existe donc une consistance C_{eq-lim} en dessous de laquelle la thixotropie n'a pas d'influence (ou a une très faible influence) sur les paramètres rhéologiques. Ainsi, en supposant deux histoires mécaniques différentes 1 et 2, on a :

$$\tau_{c1} = \alpha1 \cdot (C_{eq} - C_{eq0})^{p1} \quad (53)$$

$$\tau_{c2} = \alpha2 \cdot (C_{eq} - C_{eq0})^{p2} \quad (54)$$

Où les couples de paramètres (α_1, p_1) et (α_2, p_2) sont respectivement déterminés lorsque le matériau a subi les histoires mécaniques 1 et 2.

Lorsque les deux histoires mécaniques ont une influence négligeable sur le seuil pour une consistance équivalente suffisamment faible, on a :

$$\tau_{c1} = \tau_{c2} \rightarrow C_{eq} \leq C_{eq-lim} \quad (55)$$

Pour $C_{eq} = C_{eq-lim}$, les équations (53) et (54) se confondent, ce qui donne :

$$C_{eq-lim} = \sqrt{\frac{\alpha_1}{\alpha_2}^{(p_2-p_1)}} + C_{eq0} \quad (56)$$

En prenant comme référence les valeurs de α et de p obtenues lorsque le seuil atteint sa valeur minimale, C_{eq-lim} est calculée pour différentes histoires mécaniques. On peut constater que sa valeur est sensiblement identique pour toutes les histoires mécaniques (Tableau 14).

$C_{eq-lim} = \sqrt{\frac{\alpha_1}{\alpha_2}^{(p_2-p_1)}} + C_{eq0}$			
Histoire mécanique (s ⁻¹)	C_{eq-lim}	Moyenne	Erreur
0	1,616	1,564	0,025
500	1,558		
1200	1,539		
2500	1,544		

Tableau 14 : Estimation de la consistance équivalente limite d'influence de la thixotropie à partir de l'évolution du seuil.

Par conséquent, les boues peuvent alors être classées en trois types de comportement rhéologique selon leur teneur en matière solide et teneur en matière organique de la matière solide (Figure 70) : Newtonien, à seuil simple ou à seuil avec des effets thixotropes.

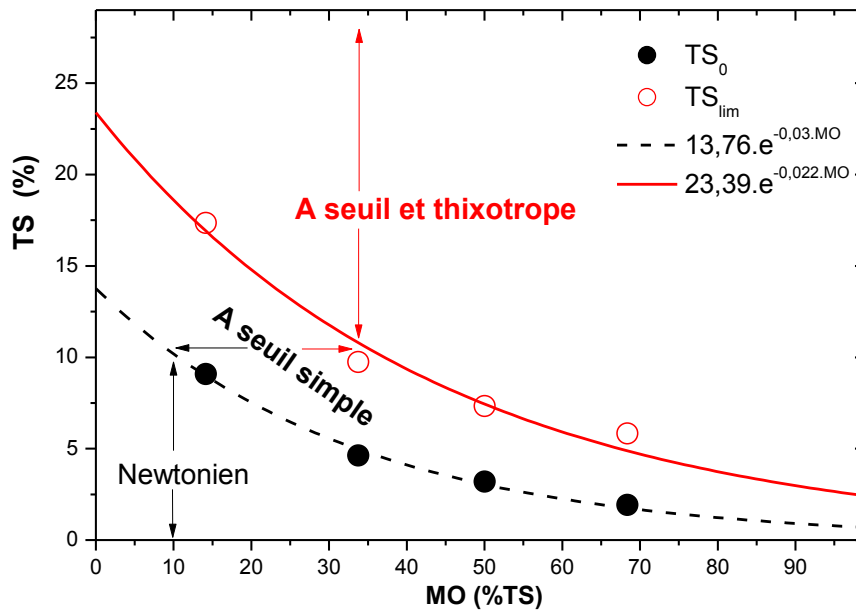


Figure 70 : Classification rhéologique des boues déterminée à partir du couplage entre teneur en matière solide (TS) et teneur en matière organique de la matière solide (MO).

4 Conclusion

Un nouveau critère de classification rhéologique des boues plus pertinent que la teneur en matière solide a été établi en nous basant à la fois sur l'impact de la teneur en matière solide et de la teneur en matière organique de la matière solide. A partir de ce critère, appelé consistance équivalente, les propriétés liquides et solides des boues ont été évaluées. Les propriétés liquides ont été évaluées avec la viscosité infinie du matériau et les propriétés solides avec le module élastique au repos couplé au seuil d'écoulement.

Ainsi, l'évolution de la viscosité infinie en fonction de la consistance équivalente a permis de montrer que les propriétés liquides des boues de compositions différentes sont définies en une seule classe. En outre, la fonction définissant cette classe est une loi de puissance dont l'unique paramètre est la viscosité du liquide suspendant.

Concernant l'évolution des propriétés solides en fonction de la consistance équivalente, il existe deux limites de consistance équivalente à partir desquelles le matériau change de propriétés. Quelle que soit sa teneur en matière organique, la boue passe d'un comportement Newtonien à celui d'un fluide à seuil simple à partir d'une consistance équivalente d'environ 0,5. La boue demeure un fluide à seuil simple, c'est-à-dire peu impacté par la thixotropie, jusqu'à une consistance équivalente d'environ 1,5. Au-dessus de cette valeur, la prise en compte des effets de la thixotropie sur l'évolution des propriétés solides s'avère nécessaire.

5 Références bibliographiques

- Baudez, J. C. (2001). " Rhéologie et physico-chimie des boues résiduares pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage." THESE à l'Ecole nationale du génie rural, des eaux et des forêts.
- Baudez, J. C., P. Slatter and N. Eshtiaghi (2013). "The impact of temperature on the rheological behaviour of anaerobic digested sludge." *Chemical Engineering Journal* **215-216**: 182-187.
- Coussot, P. (2012). *Rhéophysique la matière dans tous ses Etats.* , EDP sciences.
- Dentel, S. K., M. M. Abu-Orf and C. A. Walker (2000). "Optimization of slurry flocculation and dewatering based on electrokinetic and rheological phenomena." *Chemical engineering journal* **80**(1-3): 65-72.
- Dieudé-Fauvel, E. and S. K. Dentel (2011). "Sludge conditioning: Impact of Polymers on Floc structure." *Journal of Residuals Science & Technology* **8**(3).
- Dorget, M. (1995). *Propriétés rhéologiques des composés silice/silicone.* Institute National Polytechnique, Grenoble, France. Ph.D. thesis
- Fusier, J., J. Goyon, X. Chateau and F. Toussaint (2018). "Rheology signature of flocculated silica suspensions." *Journal of Rheology* **62**(3): 753-771.
- Gareche, M., A. Allal, N. Zeraibi, F. Roby, N. Azril and L. Saoudi (2016). "Relationship between the fractal structure with the shear complex modulus of montmorillonite suspensions." *Applied Clay Science* **123**: 11-17.
- Gibouin, F., E. Dieudé-Fauvel, J. C. Baudez and R. Bendoula (2016). "Dataset of near infrared spectroscopy measurements to predict rheological parameters of sludge." *Data in brief* **9**(453-459).
- Guibaud, G., P. Dollet, N. Tixier, C. Dagot and M. Baudu (2004). "Characterisation of the evolution of activated sludges using rheological measurements." *Process Biochemistry* **39**(11): 1803-1810.
- Jeffery, G. B. (1922). "The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid." *Proc. R. Soc. Lond. A* **102**(715): 161-179.
- Markis, F., J.-C. Baudez, R. Parthasarathy, P. Slatter and N. Eshtiaghi (2014). "Rheological characterisation of primary and secondary sludge: Impact of solids concentration." *Chemical Engineering Journal* **253**: 526-537.
- Piau, J. M., M. Dorget, J. F. Paliérne and A. Pouchelon (1999). "Shear elasticity and yield stress of silica-silicone physical gels: fractal approach." *Journal of Rheology* **43**(2): 305-314.
- Saint-Michel, F., F. Pignon and A. Magnin (2002). "Rhéométrie et structure de dispersions de silices nanométriques dans du polyol." *Rhéologie* **2**: 31-38.
- Spicer, P. T. and S. E. Pratsinis (1996). "Shear-induced flocculation: the evolution of floc structure and the shape of the size distribution at steady state." *Water Research* **30**(5): 1049-1056.
- Spinosa, L. and K. Wichmann (2004). "Sludge characterization: the rôle of physical consistency." *Water Science and Technology* **49**(): 59-65.

Tixier, N., G. Guibaud and M. Baudu (2003). "Determination of some rheological parameters for the characterization of activated sludge." *Bioresource Technology* **90**(2): 215-220.

Conclusion générale

L'objectif de ce travail de thèse était d'étudier le rôle de la thixotropie et de la composition de la matière solide dans l'évolution des propriétés rhéologiques, liquides ou solides, des boues résiduaire. La variabilité des boues est telle qu'il est impossible de définir précisément leur composition. Aussi, l'approche développée a été de chercher à différencier les boues par des critères macroscopiques simples à mesurer mais reflétant quand même la notion de composition. Nous avons donc choisi de nous focaliser sur le ratio entre la matière organique et la matière minérale contenues dans la matière sèche. Dans un premier temps, l'étude s'est basée sur la variation du rapport massique entre matière organique et matière minérale d'abord pour une même boue mère, de sorte qu'il n'y ait pas de variation qualitative de la composition (configuration 1). Cela a été possible grâce à différents mélanges entre matière organique et matière minérale issues d'une même boue biologique. Dans un deuxième temps, notre approche s'est basée sur la variation du ratio entre matière organique et matière minérale, chaque bloc étant qualitativement très différent d'un ratio à un autre (configuration 2). Cela a été possible grâce à des boues issues de différents procédés de traitement qui changent considérablement la qualité de la matière organique.

Nous avons ensuite montré que les mesures rhéologiques sont impactées par différents artefacts, ce qui nous a amené à définir une procédure expérimentale robuste.

Pour ce faire, nous nous sommes d'abord basés sur un matériau modèle de type gel de Carbopol[®] qui ne présente pas de comportement thixotrope. Avec ce matériau modèle, différents paramètres liés aux protocoles expérimentaux ont été analysés. Une première étape sur l'impact des surfaces de la géométrie a permis de montrer la présence d'un glissement surtout dans les faibles taux de cisaillement, même pour une rugosité atteignant 60 μm environ (dans notre cas) et une absence de glissement pour une forte rugosité de 150 μm .

Avec cette dernière rugosité l'influence de différents artefacts sur les mesures a été analysée. Cette analyse s'est appuyée sur la détermination de la courbe d'écoulement. Il en ressort que deux paramètres de la procédure expérimentale, à savoir le volume de l'échantillon la hauteur du cylindre mobile dans la géométrie, ont une influence quantitative sur le niveau de contrainte de la courbe d'écoulement mesurée. La variation de ces deux paramètres n'impactant que l'excès de volume d'échantillon au-dessus ou en dessous de la géométrie, nous avons cherché à corréliser le niveau de contrainte mesuré avec cet excès de volume. Les résultats obtenus montrent que le niveau de contrainte augmente avec ce dernier. Cela impose donc d'utiliser le même volume d'échantillon et la même hauteur du cylindre mobile, de manière à limiter des variations de la mesure autres que les caractéristiques intrinsèques du matériau.

Partant de cette condition, nous avons exploré l'influence de différents paramètres du protocole de mesure sur la courbe d'écoulement. Cela a permis de montrer que ni le précisaillement effectué avant la mesure ni la durée de la mesure n'ont d'impact sur la courbe d'écoulement du gel de Carbopol®.

Ensuite, les mêmes analyses ont été effectuées sur des échantillons de boues résiduaire et, contrairement au gel de Carbopol, nous avons montré que :

- Les boues résiduaire glissent même sur une surface rugueuse, avec une vitesse de glissement qui augmente avec la teneur en matière solide. Cependant le glissement n'a été détecté que dans les faibles taux de cisaillement.
- Un glissement est présent surtout dans les faibles taux de cisaillement même pour une surface rugueuse.
- Aucun glissement n'a été observé avec une géométrie rugueuse de 150 μm .
- La boue montre un niveau de contrainte fortement dépendant à la fois au précisaillement et à la durée de la mesure de la courbe d'écoulement. Cette exploration a donc mis en évidence les effets de la thixotropie sur la mesure des propriétés rhéologiques des boues. En nous basant sur une boue manifestant une forte thixotropie, aucune limite de dépendance de la courbe d'écoulement au précisaillement ou à la durée de la rampe de mesure n'a été trouvée. Les mesures ont montré une diminution continue du niveau de contrainte de la courbe d'écoulement de cette boue à la fois avec l'intensité du précisaillement et la durée de la rampe de mesure.

Par la suite, nous avons évalué la méthodologie expérimentale couramment utilisée pour étudier la thixotropie et qui consiste à appliquer un fort précisaillement après chaque mesure, dans l'objectif de remettre le matériau dans un même état de référence avant la mesure suivante.

En fixant une forte intensité de précisaillement et une durée de précisaillement comme le préconise souvent la littérature, nous avons mesuré l'évolution du module élastique pendant 60 s de repos. En répétant plusieurs fois le même protocole de mesure sur un même échantillon, le module élastique diminue avec le nombre de répétition, et ce, quelle que soit la teneur en matière solide de la boue. Le précisaillement, tel qu'il est préconisé dans la littérature, ne garantit donc pas un état de référence contrôlé. Nous avons montré par la suite qu'un précisaillement conditionné à l'obtention d'une viscosité de référence connue garantit un état de référence contrôlé, ce qui permet d'évaluer l'impact du temps de repos sans interférence avec l'impact de l'histoire de cisaillement du matériau.

Cette procédure expérimentale a permis de montrer que les effets temporels peuvent être contrôlés en adaptant le cisaillement, en durée et en intensité. Dès lors, on a pu analyser la thixotropie des boues en tenant compte de la structuration au repos et la déstructuration sous cisaillement. Cette analyse a été effectuée sur la courbe d'écoulement et sur le module élastique. La courbe d'écoulement a permis de déterminer le seuil d'écoulement considéré comme un paramètre caractéristique du comportement solide et la viscosité infinie considérée comme un paramètre caractéristique du comportement liquide

des boues résiduaire. L'évolution du module élastique et du seuil d'écoulement, et de la viscosité infinie, a été déterminée en fonction du temps de repos ou de l'histoire mécanique du matériau.

Concernant les propriétés liquides, les résultats ont montré que la viscosité infinie est indépendante de la thixotropie et dépend du ratio entre la matière organique et la matière minérale. Pour une teneur en matière solide donnée, elle augmente lorsque le taux de matière organique augmente.

En nous plaçant dans la configuration 1 définie plus haut, un paramètre caractéristique, appelé consistance équivalente et tenant compte de la teneur matière solide et de la teneur en matière organique de la matière solide a été défini. Pour toute teneur matière solide et teneur en matière organique de la matière solide, la viscosité infinie est une fonction unique, de type exponentielle, de la consistance équivalente.

En nous plaçant dans la configuration 2, nous avons montré que la viscosité infinie en fonction de la consistance équivalente est confondue avec celle établie dans la configuration 1 quelle que soit l'origine de la boue. Cela a permis de considérer que la prise compte de la quantité de matière organique de la matière solide est suffisante pour estimer l'influence de la composition sur des propriétés rhéologiques des boues résiduaire. La consistance équivalente apparaît donc comme un critère pertinent, mieux adapté que la teneur en matière solide puisqu'elle prend en compte à la fois la teneur en matière solide et la teneur en matière organique de la matière solide.

Concernant les propriétés solides, les résultats ont montré que le seuil d'écoulement et le module élastique dépendent de l'intensité de l'histoire du cisaillement, avec une dépendance plus marquée lorsque la consistance équivalente dépasse une valeur de 1.5 environ. En effet, au-delà de cette valeur, le seuil d'écoulement et le module diminuent avec l'intensité de l'histoire du cisaillement pour une consistance équivalente donnée. Le modèle d'évolution des propriétés solides en fonction de l'intensité de l'histoire du cisaillement utilisée a montré que cette diminution atteint un plateau pouvant être interprété comme un état de déstructuration maximale de la structure des boues induite par l'histoire du cisaillement. Un plateau a par ailleurs été expérimentalement obtenu pour plusieurs consistances équivalentes. Puis, en dessous d'une consistance équivalente de 1.5 environ, l'histoire mécanique a un impact négligeable sur le seuil d'écoulement et le module élastique. Dans cette gamme de consistance équivalente, les boues peuvent alors être considérées comme des fluides à seuil simples, c'est-à-dire non thixotropes. Enfin, le modèle d'évolution des propriétés solides en fonction de la consistance équivalente utilisé prédit une consistance équivalente proche de 0.5 en-dessous de laquelle la boue ne peut admettre un seuil d'écoulement ou un module élastique. Dès lors, puisque la consistance équivalente prend en compte à la fois la teneur en matière solide et la teneur en matière organique de la matière solide, le type de comportement rhéologique d'une boue résiduaire donnée pourrait être identifié par la seule connaissance de sa teneur en matière solide et de sa teneur en matière organique de la matière solide.

La dépendance des propriétés solides avec le temps de repos après que le matériau ait subi une histoire mécanique est également plus marquée lorsque la consistance équivalente dépasse 1.5 environ. Au-delà de cette valeur, les résultats ont montré une augmentation du module élastique avec le temps de repos. Le modèle appliqué pour suivre cette augmentation a permis de prédire le temps de repos maximal au-delà duquel les propriétés solides n'évoluent plus parce que le matériau aurait atteint son niveau de restructuration maximale. Le temps maximal de repos augmente avec la teneur en matière solide pour une teneur en matière organique donnée. De même, il augmente avec la teneur en matière organique de la matière solide pour une teneur en matière solide donnée.

Par ailleurs, une courbe maîtresse du module élastique en fonction du temps de repos, d'une part, et une autre en fonction de l'histoire du cisaillement, d'autre part, ont été obtenues pour toutes les teneurs en matière solide et teneurs en matière organique. Par conséquent, les cinétiques d'évolution des propriétés solides des boues résiduelles sont similaires quelle que soit la composition de la boue. Cette déduction a été confirmée par la relation entre le module élastique et le seuil d'écoulement qui décrit une unique courbe quelle que soit la composition de la boue.

Perspectives

Ce travail a permis de déterminer le rôle de la thixotropie et de la composition dans la rhéologie des boues résiduaires. Au terme de ce travail, il a été possible de fournir une typologie de comportement liquide ou solide selon des familles de procédés de traitement du matériau. Cependant, cela mériterait d'être confirmé par une base d'échantillons plus conséquente en respectant un protocole laboratoire rigoureux comparable à celui qui a servi notre étude.

D'autre part, puisque les études rhéologiques sur des boues résiduaires ne visent que des applications sur leurs procédés de traitements ou la valorisation et compte-tenu des différents protocoles expérimentaux présentés dans la littérature, il s'avère nécessaire d'adopter des protocoles de laboratoire de référence pour une meilleure comparaison des études. Cela facilitera l'adaptation sur le terrain des études de laboratoire. De plus, ces protocoles de laboratoire pourraient être utilisés comme des références pour établir des normes de caractérisation rhéologiques des boues sur le terrain.

Au-delà du domaine des boues résiduaires, la notion de consistance équivalente pourrait être étendue à d'autres matériaux thixotropes, de manière à évaluer sa pertinence.

Annexes

1 Annexe 1 : Pompage des boues présentant un seuil d'écoulement dans une conduite cylindrique

1.1 Introduction

La maîtrise du pompage est un élément majeur pour le dimensionnement des installations et la conduite des procédés de traitement des boues résiduelles. Pour cela, caractériser le comportement rhéologique du matériau est fondamental, ce qui n'est réellement possible qu'avec les rhéomètres de laboratoire. Parallèlement, les écoulements des boues dans les canalisations sont également influencés par des phénomènes tels que la localisation du cisaillement ou le glissement du matériau sur les parois de la canalisation.

Dans ce document, en partant d'une boue type dont les propriétés rhéologiques ont été caractérisées et au regard des résultats précédemment présentés, l'objectif est d'étudier les écoulements du matériau dans une canalisation selon les dimensions du canal et les effets thixotropes.

1.2 Caractéristiques des échantillons

1.2.1 Composition

Des échantillons ont été stockés pendant plusieurs semaines avant réutilisation afin d'assurer une stabilisation suffisante du matériau et de négliger l'évolution biologique sur plusieurs jours. Cela a permis d'obtenir des caractéristiques constantes des échantillons sur une semaine, assurant ainsi une bonne reproductibilité des résultats. Leur teneur moyenne en matière solide est de $9,61 \pm 0,04$ % et le ratio matière organique / matière minérale de la matière solide est 69 / 31.

1.2.2 Caractérisation rhéologique des échantillons

Les échantillons sont caractérisés avec un rhéomètre Kinexus Pro (Malvern) équipé d'une géométrie Couette dont la rugosité surfacique est $150 \mu\text{m}$ (le dispositif est identique à celui décrit dans le chapitre 4).

A la sortie du stockage et avant la caractérisation, les échantillons sont placés dans le rhéomètre et stabilisés à $20 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 5 mn. Ensuite, de petites oscillations en déformation (0,1% ; 1 Hz) suivies d'une rampe croissante en taux de cisaillement (entre 0 et 500 s^{-1} en 5 mn) sont appliquées sans un pré-cisaillement au préalable.

Cela a permis de suivre le module élastique au cours du temps et la courbe d'écoulement du matériau.

Ainsi, après avoir placé l'échantillon dans la géométrie, on observe que le module élastique se stabilise rapidement au cours du temps de repos (Figure 71). Cela montre que le matériau est dans son état de structuration maximale. La courbe d'écoulement après cet état de structuration maximale est

représentée sur la Figure 72. Un modèle rhéologique de type Herschel-Bulkley est appliqué entre 10 et 100 s^{-1} pour déterminer les paramètres rhéologiques du matériau qui sont représentés sur le Tableau 15.

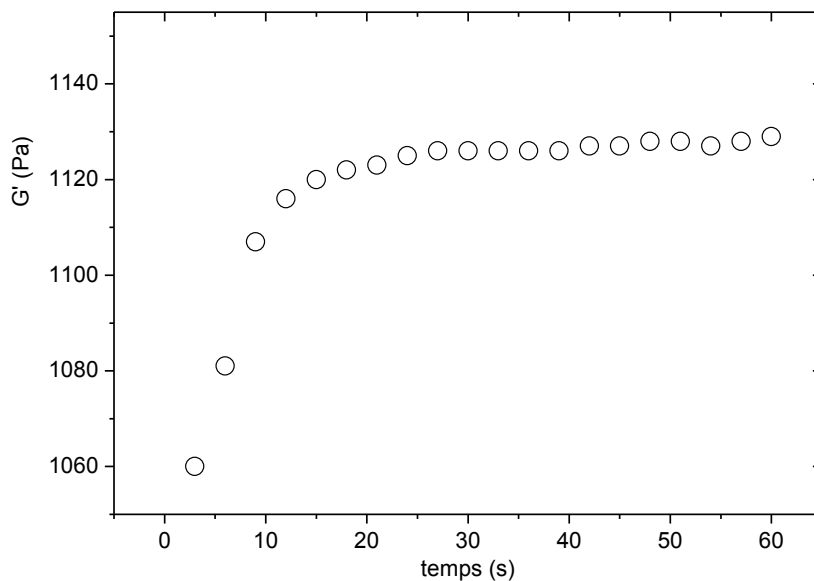


Figure 71 : Module élastique en fonction du temps de repos après le stockage

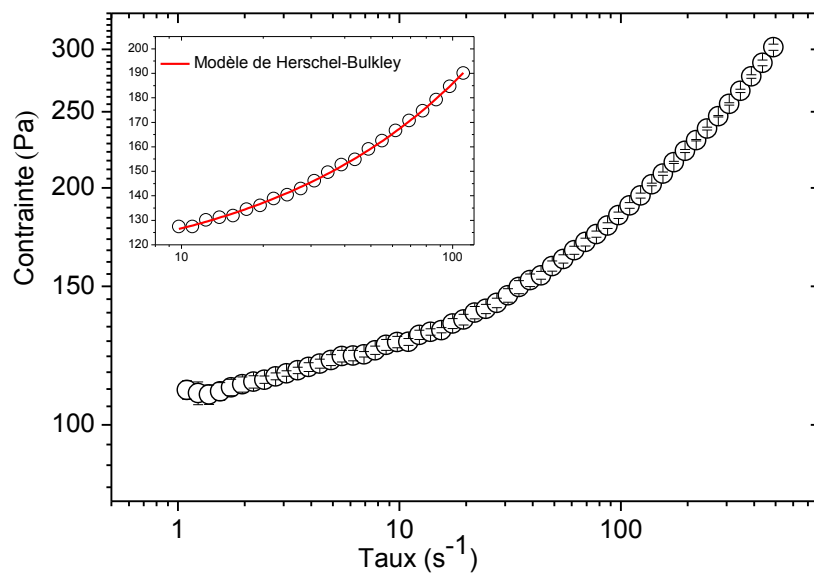


Figure 72 : Courbe d'écoulement moyenne des échantillons sans aucun précisaillement. Le trait continu en rouge de la figure insérée est un modèle de Herschel-Bulkley.

Caractéristiques des échantillons		Seuil τ_c (Pa)	Consistance k (Pa. s ⁿ)	Indice d'écoulement n (-)
Teneur en matière solide (%)	Ratio Matière organique / Matière minérale			
9,61	69 / 31	105,5	5,6	0,578

Tableau 15 : Paramètres rhéologiques déterminés par le modèle de Herschel-Bulkley après que les échantillons aient atteint un état de structuration maximale.

1.3 Comportement des boues en conduite cylindrique

1.3.1 Dispositif expérimental

Pour reproduire l'écoulement dans une conduite cylindrique, nous avons mis au point un système de mesure par extrusion : la boue est poussée par un piston dont on connaît la vitesse d'avancement et la pression appliquée, à travers une conduite cylindrique de longueur et diamètre connus (Figure 73).

La vitesse du piston et la pression entre deux niveaux de la filière sont mesurés et enregistrés en continu. Les changements de vitesse ne sont effectués qu'après avoir mesuré des pertes de charges constantes dans le temps (Figure 74).

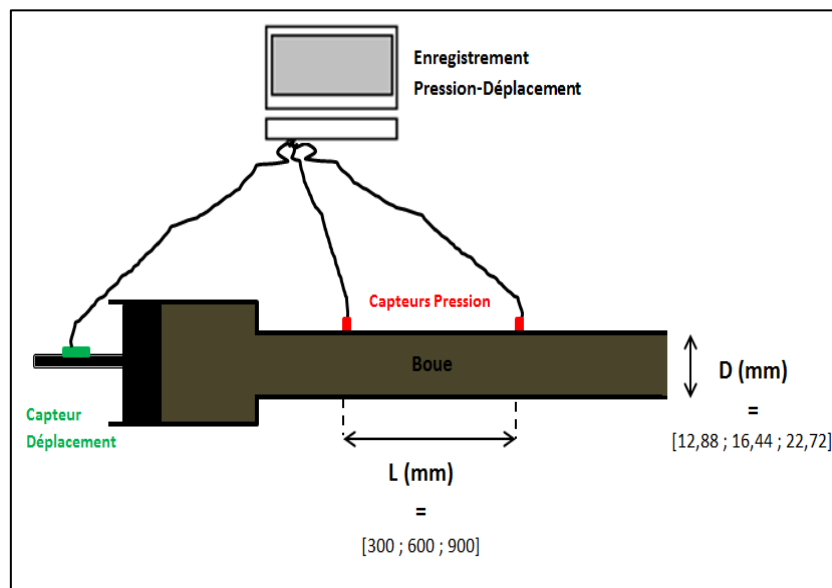


Figure 73 : Schématisation du principe du système d'extrusion. La filière de caractérisation de l'écoulement de la boue est circulaire dont le diamètre (D) et la longueur (L) sont compris respectivement entre 18.88 et 22.72 mm et entre 300 et 900 mm.

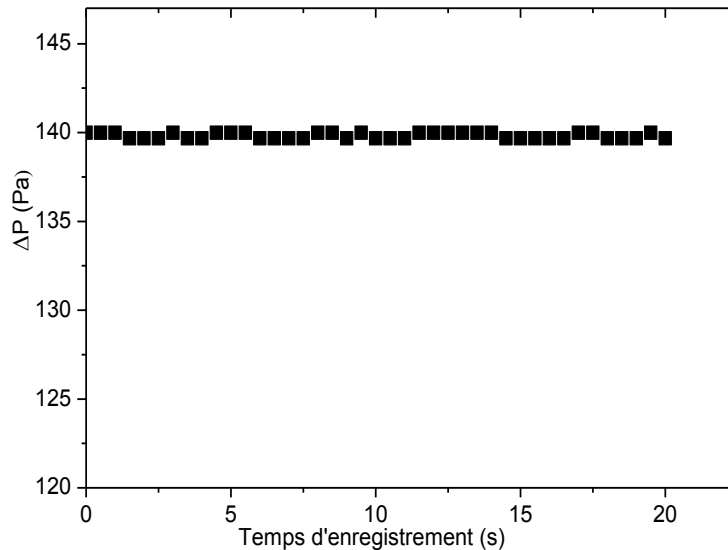


Figure 74 : Mesure des pertes de charges en fonction du temps d'enregistrement pour une vitesse imposée à 10 mm / s.

1.3.2 Résultats

Le dimensionnement des systèmes de pompage passe par l'estimation des pertes de charge (ΔP) en fonction des caractéristiques de l'installation et du matériau à pomper.

Les caractéristiques de l'installation généralement prises en compte sont le diamètre des tuyaux (D) et la distance de pompage des boues (L). Pour ce faire, nous avons estimé l'évolution des pertes de charge pour différentes vitesses auxquelles les boues sont pompées. Les résultats montrent qu'à de faibles vitesses de pompage les pertes de charges sont quasi-constantes et indépendantes des dimensions de la tuyauterie (Figure 75), ce qui suggère que, pour ces gammes de vitesses, le déplacement de la boue au sein du tuyau est dû est à son glissement sur les parois du tuyau. Cependant, à mesure que la vitesse augmente, les pertes de charges deviennent dépendantes des dimensions du tuyau, avec des pertes de charges qui augmentent avec la réduction du diamètre pour une longueur donnée.

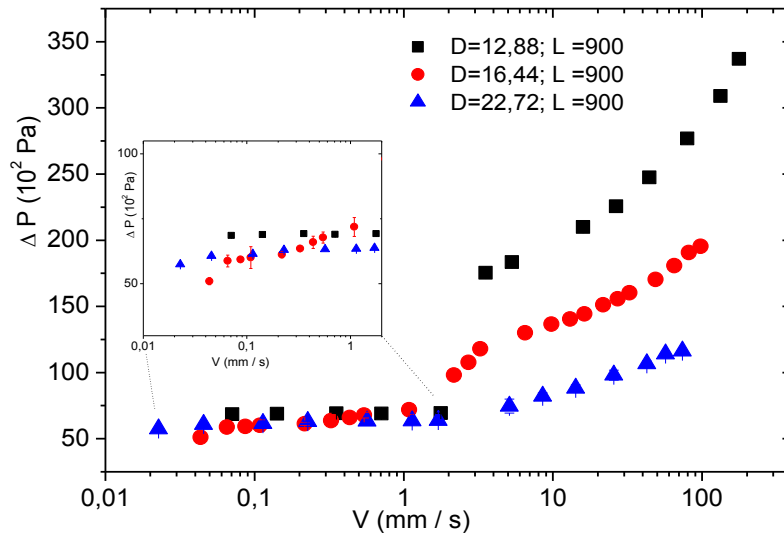


Figure 75 : Pertes de charge de la vitesse de la boue selon le diamètre de conduite (D). La longueur de la conduite (L) est fixée à 900 mm.

Par ailleurs, puisque les tuyaux sont lisses, ce qui est le cas dans les installations réelles, la vitesse ou le débit de pompage sont liés à la fois aux propriétés rhéologiques de la boue et à d'éventuels phénomènes au niveau de l'interface paroi-boue.

Le glissement est l'un de ces phénomènes. Pour mettre en évidence la présence d'un glissement, la relation entre la contrainte à la paroi (τ_p) et le taux de cisaillement apparent ($\dot{\gamma}_a$) lors du pompage est tracée pour différents rapport L/D. Si les courbes sont différentes pour les différents rapports L/D, alors il y a présence d'un glissement. La contrainte à la paroi et le taux de cisaillement apparent sont obtenus à partir des relations suivantes :

$$\tau_p = \frac{R}{2L} \Delta P \quad (57)$$

$$\dot{\gamma}_a = \frac{4}{\pi \cdot R^3} Q \quad (58)$$

Où R et Q sont respectivement le rayon du tuyau et le débit moyen dans le tuyau.

La fonction $\tau_p = f(\dot{\gamma}_a)$ pour différents rapports L/D montre en effet la présence de glissement (Figure 76).

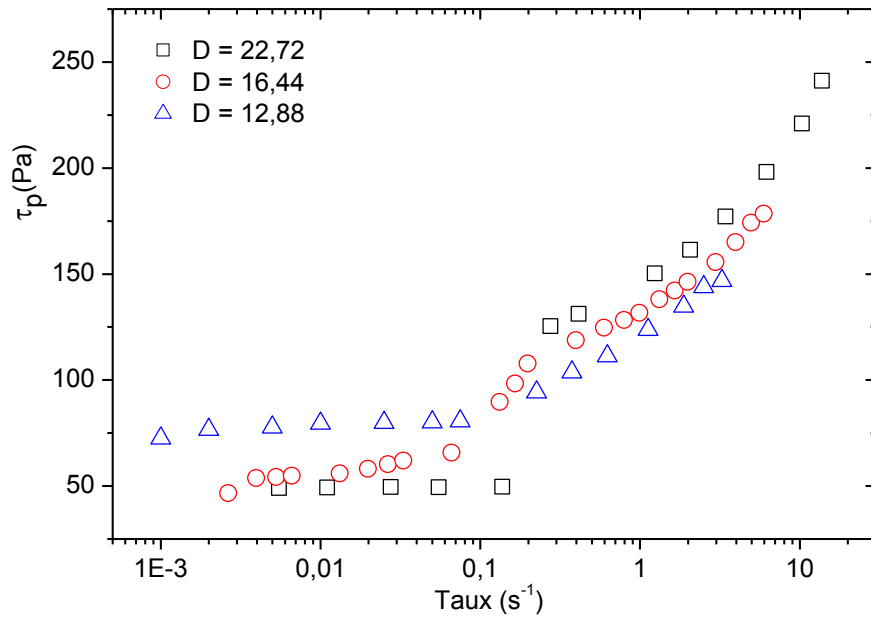


Figure 76 : Contrainte à la paroi de la conduite en fonction du taux de cisaillement de la boue.

Il existe plusieurs méthodes permettant de distinguer les propriétés du matériau et celles du glissement [méthode de Yoshimura-Prud'homme (1988), Mooney (1931), des parois rugueuses, ...].

La méthode classique est celle de Mooney qui consiste à supposer que le taux de cisaillement apparent ($\dot{\gamma}_a$) est la somme d'un taux de cisaillement du matériau ($\dot{\gamma}_c$) et d'un autre dû au glissement du matériau ($\dot{\gamma}_g$):

$$\dot{\gamma}_a = \dot{\gamma}_c + \dot{\gamma}_g \quad (59)$$

Pour déterminer le taux de cisaillement du matériau, la méthode de Mooney consiste à représenter $\dot{\gamma}_a$ en fonction de $1/R$ pour une contrainte à la paroi donnée. L'ordonnée à l'origine de la courbe ainsi obtenue est le taux de cisaillement du matériau sans glissement, ce qui permet de déterminer les caractéristiques du glissement en utilisant la relation (59).

Dans le cas de ces travaux, cette méthode ne peut pas s'appliquer pour les faibles vitesses parce que la contrainte à la paroi y est constante et diffère d'un rayon donné à un autre. Par contre, la méthode peut s'appliquer pour les hautes vitesses : ainsi, en l'appliquant sur nos données pour plusieurs contraintes données, la Figure 77 est obtenue.

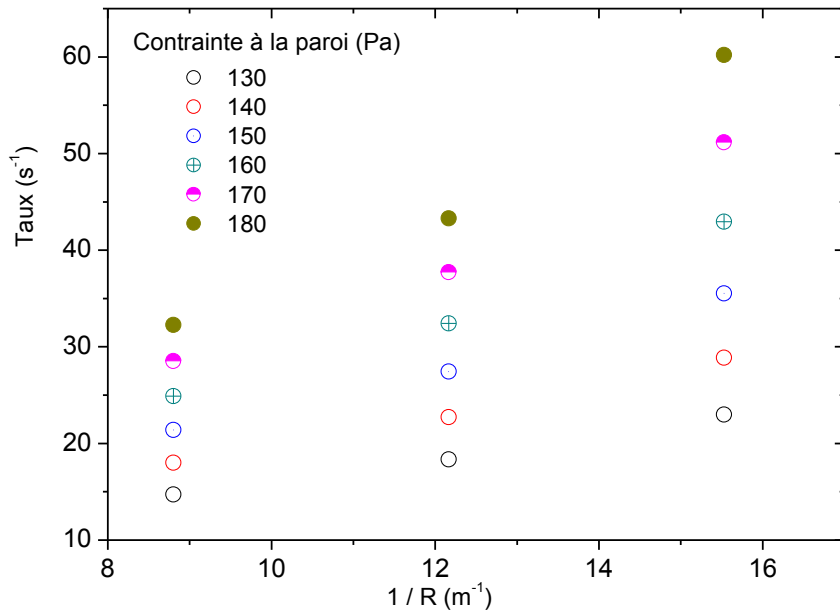


Figure 77 : Relation entre le taux de cisaillement et le rayon de la conduite

Par la suite, pour déterminer l'évolution du taux apparent en fonction de $1/R$, un modèle de type (60) est appliqué :

$$\dot{\gamma}_a = a + \frac{4 \cdot V_g}{R} \quad (60)$$

Où a est la valeur de $\dot{\gamma}_c$ et V_g est la vitesse de glissement de la boue sur la paroi de la filière.

On observe que le glissement est toujours présent même pour des contraintes pariétales très élevées (Tableau 16), avec une vitesse de glissement qui augmente linéairement avec la contrainte pariétale (Figure 78). Cela montre que tenir compte du glissement dans le pompage des boues est capital même pour des taux de cisaillement élevés.

τ_p (Pa)	$a = \dot{\gamma}_c$ (s ⁻¹)	V_g (m / s)
130	3,742	0,0307
140	3,923	0,0396
150	4,56	0,0486
160	5,798	0,0572
170	6,809	0,0673
180	10,307	0,0733

Tableau 16 : Récapitulatif des valeurs des paramètres du modèle.

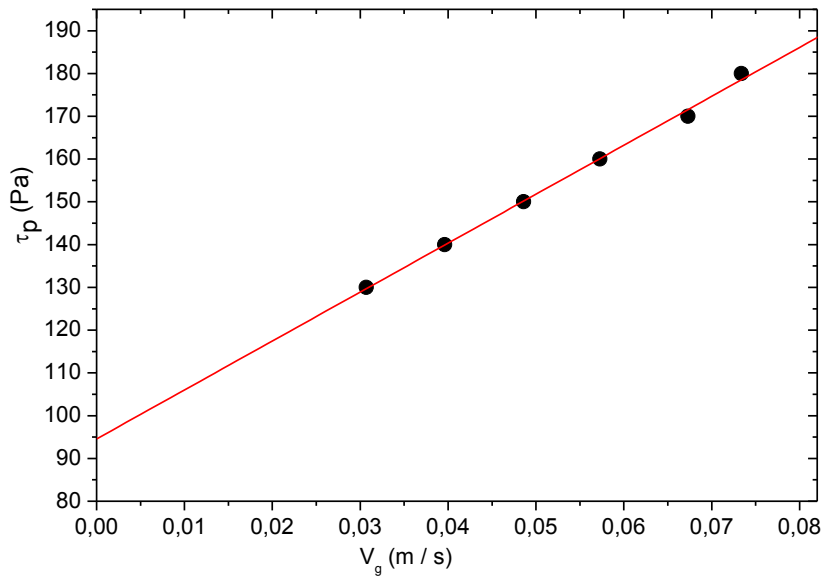


Figure 78 : Relation entre la contrainte pariétale et la vitesse de glissement.

Parallèlement, le diagramme de Couette-Bagley permet d'accéder directement à la contrainte de cisaillement réelle du matériau dans une conduite. Ce diagramme consiste à représenter les pertes de charge en fonction du rapport entre la longueur et le diamètre de la conduite considérée. La relation entre les deux paramètres est une fonction linéaire dont la pente vaut $4 \cdot \tau$, τ étant la contrainte de cisaillement réelle du matériau.

Pour la boue utilisée, ce diagramme est représenté par la Figure 79. Ainsi, on obtient le Tableau 17 qui récapitule les valeurs la contrainte de cisaillement réelle τ obtenues pour les vitesses apparentes considérées.

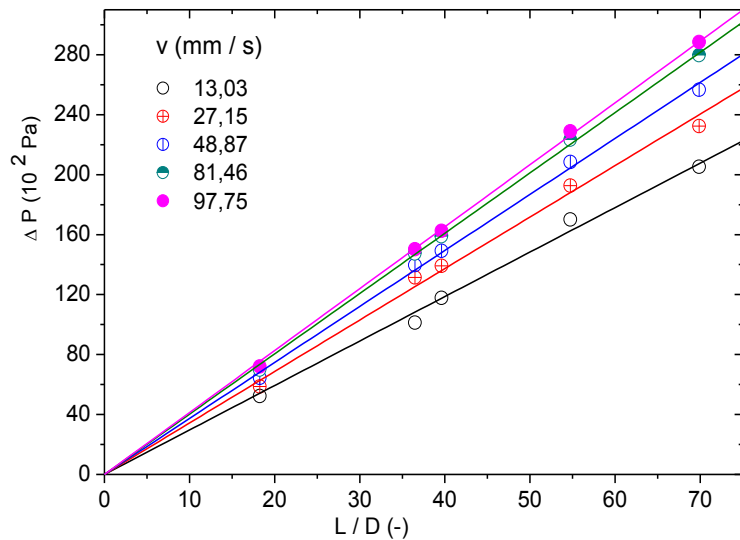


Figure 79 : Relation entre la perte de charge et les dimensions de la conduite (diagramme de Couette-Bagley).

V (m / s)	τ (Pa)
0,0130	74,17
0,0271	85,85
0,0488	93,39
0,0814	100,58
0,0977	103,29

Tableau 17 : Récapitulatif des valeurs des contraintes de cisaillement réelles en fonction de la vitesse apparente.

On remarque à partir du Tableau 17 que la contrainte de cisaillement réelle est bien inférieure à la contrainte seuil d'écoulement de la boue, égale à 105 Pa, pour toute la gamme de vitesses apparentes mesurées. L'écoulement de la boue dans la filière est donc de type bouchon.

De plus, au regard du Tableau 16 et du Tableau 17, la contrainte pariétale est bien supérieure à celle de la contrainte réelle de cisaillement pour une vitesse apparente donnée. Cela suggère que, en plus du glissement, d'autres phénomènes surfaciques nécessitent d'être pris en compte.

1.4 Conclusion

Le déplacement des boues présentant un seuil d'écoulement dans les conduites cylindriques est essentiellement dû au glissement lorsque la vitesse de pompage est très faible (ne dépassant pas 2 mm / s dans notre cas). Ce phénomène est toujours présent même pour des vitesses de pompage élevées, avec une vitesse de glissement qui augmente avec celles-ci. Aussi, la contrainte pariétale (et donc les pertes de charge) demeure toujours largement supérieure à contrainte réelle de cisaillement de la boue. Or, la présence d'un glissement tend à diminuer les niveaux de contrainte. Par conséquent, les pertes de charges pour le pompage des boues pâteuses sont en grande partie dues aux phénomènes d'interface entre la boue et la canalisation. Il apparaît donc nécessaire de tenir compte des caractéristiques surfaciques de la tuyauterie (rugosité, adsorption, affinités avec la boue, ...) pour diminuer les pertes de charges.

1.5 Références

Baudez, J. C., Megnien, J. C., & Guibelin, E. (2016). Pumping of dewatered sludge: Slipping or flowing behavior? *Chemical Engineering Journal*, 295, 494-499.

Carreras, E. S., El Kissi, N., Piau, J. M., Toussaint, F., & Nigen, S. (2006). Pressure effects on viscosity and flow stability of polyethylene melts during extrusion. *Rheologica acta*, 45(3), 209-222.

Mooney, M. (1931). Explicit formulas for slip and fluidity. *Journal of Rheology (1929-1932)*, 2(2), 210-222.

Slatter, P. T. (2004). The hydraulic transportation of thickened sludges. *Water Sa*, 30(5), 66-68.

Uhland, E. (1976). Modell zur beschreibung des fließens wandgleitender substanzen durch düsen. *Rheologica Acta*, 15(1), 30-39.

2 Annexe 2 : Relation entre paramètres rhéologiques

Les figures qui suivent sont des compléments à celles détaillées dans le chapitre 4.

2.1 Relation consistance-contrainte seuil d'écoulement

Pour une teneur en matière solide donnée, la consistance diminue avec la diminution du seuil d'écoulement à mesure que l'histoire mécanique augmente. La relation entre ces deux paramètres est une fonction linéaire, ce qui suggère que la consistance est un paramètre de type solide.

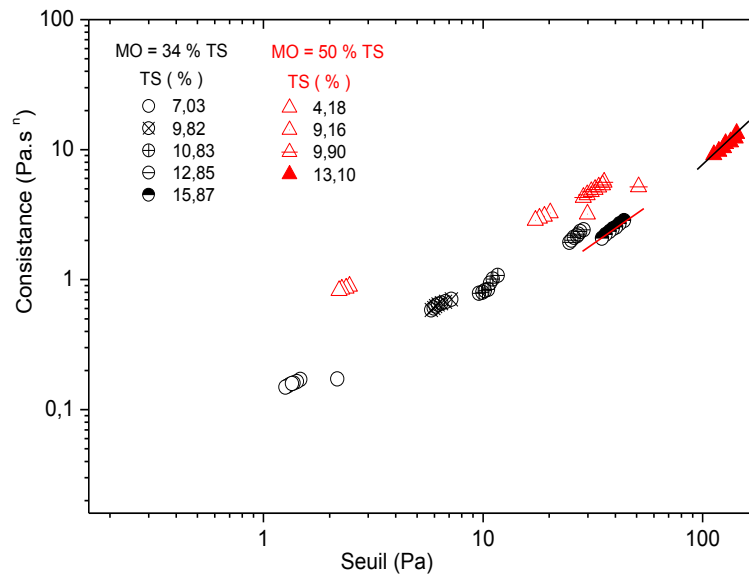


Figure 80 : Consistance en fonction du seuil d'écoulement pour différentes histoires mécaniques.

2.2 Relation indice d'écoulement-histoire mécanique

Contrairement aux paramètres rhéologiques de type solide tels que le seuil d'écoulement, l'indice d'écoulement est une constante avec l'histoire mécanique.

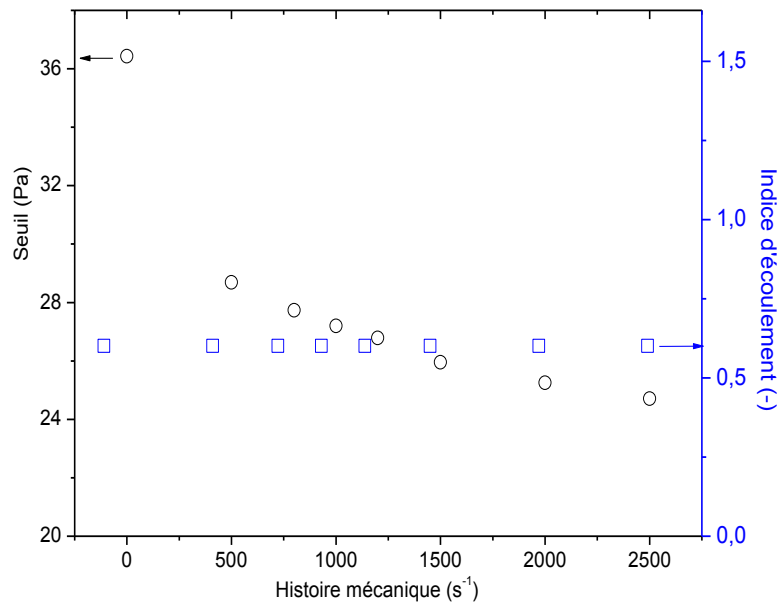


Figure 81 : Evolution du seuil d'écoulement et de l'indice d'écoulement en fonction de l'histoire mécanique.

2.3 Relation indice d'écoulement-teneur en matière solide

Pour une teneur en matière solide donnée, l'indice d'écoulement diminue avec la part de matière organique dans le solide. Aussi, pour une teneur en matière organique donnée, il est quasiment constant pour des gammes de teneurs en matière solide élevées, mais diminue faiblement avec des teneurs en matière solide plus faibles.

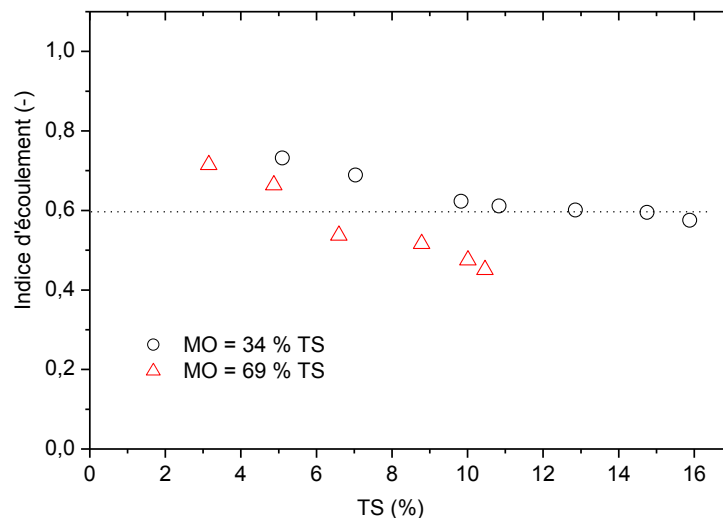


Figure 82 : Evolution de l'indice d'écoulement en fonction de l'histoire mécanique

