



**HAL**  
open science

# Electrodéshydratation des boues résiduaires : études des paramètres physico-chimiques et biologiques

Amina Chiboub

## ► To cite this version:

Amina Chiboub. Electrodéshydratation des boues résiduaires : études des paramètres physico-chimiques et biologiques. Génie des procédés. Université de Pau et des Pays de l'Adour, 2023. Français. NNT : 2023PAUU3026 . tel-04499969

**HAL Id: tel-04499969**

**<https://theses.hal.science/tel-04499969>**

Submitted on 11 Mar 2024

**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

UNIVERSITE DE PAU ET DES PAYS DE L'ADOUR  
École doctorale 211 SEA Sciences Exactes et leur Application

Présentée et soutenue le 07/12/2023

par **Amina CHIBOUB**

pour obtenir le grade de docteur  
de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour  
Spécialité : Génie des Procédés

## ELECTRODESHYDRATATION DES BOUES RESIDUAIRES : ETUDE DES PARAMETRES PHYSICO-CHIMIQUES ET BIOLOGIQUES

### MEMBRES DU JURY

#### RAPPORTEURS

- Christophe DAGOT
- Nabil GRIMI

Professeur - Université de Limoges  
Professeur - Université de Technologie de Compiègne

#### EXAMINATEURS

- Jérémy OLIVIER
- Jean VAXELAIRE

Maître de conférences (Directeur) - Université de Pau et des Pays de l'Adour  
Maître de conférences (HDR) - Université de Pau et des Pays de l'Adour

#### INVITEE

- Magali RANCHOU-PEYRUSE

Ingénieure de recherche- Université de Pau et des Pays de l'Adour





## Résumé

Les volumes de boues résiduaire sont en constante croissance, et la problématique de leur déshydratation est un enjeu majeur pour les stations d'épuration. L'électrodéshydratation est un procédé hybride de séparation liquide-solide combinant l'application d'une pression à un champ électrique. L'objectif de cette thèse est de clarifier les relations entre la composition des boues et les performances du procédé, ainsi que d'étudier l'influence de l'application du champ électrique sur la composition biologique des boues. Ce travail a été réalisé à l'aide d'un dispositif de laboratoire, sur la base de tests réalisés avec l'application d'une faible pression (36 kPa) et d'un courant électrique à intensité imposée constante (320 mA). Plusieurs boues d'origines différentes ont été utilisées pendant les essais. Une caractérisation physico-chimique a été réalisée sur chacune des boues étudiées en mesurant plus particulièrement les matières volatiles, la charge de surface, la conductivité et les polymères exocellulaires solubles. Une première étape a été d'étudier l'influence des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé. Les résultats de ce travail ont révélé que : (i) le gain de siccité est significativement impacté par la teneur en matières volatiles et la conductivité électrique du gâteau de boue ; (ii) la consommation énergétique est impactée par la siccité initiale de l'échantillon, la fraction de matières volatiles, la conductivité de la boue et la charge de surface ; (iii) la cinétique de déshydratation est impactée par la siccité initiale et la concentration en polymères exocellulaires solubles (EPS). Dans un second temps, nous nous sommes focalisés sur la conductivité électrique en la modifiant au laboratoire à l'aide de l'ajout de particules de graphite et de solutions salées. Une description claire de l'impact de la conductivité sur les performances du procédé s'est révélée cependant difficile car ce paramètre est multi-dépendant des autres paramètres physico-chimiques, néanmoins cette étude a montré qu'il y avait un optimum de conductivité pour la boue étudiée et qu'il était donc possible d'optimiser le procédé d'électrodéshydratation en modifiant la conductivité de la phase solide et/ou liquide. Enfin, nous avons également tenté durant ce travail de thèse d'évaluer la potentialité du procédé d'électrodéshydratation à hygiéniser au moins partiellement les boues biologiques (aspect qui est très peu étudié dans la littérature). Sur la base de différentes boues urbaines et industrielles (avec des populations microbiennes différentes) nous avons observé que le procédé d'électrodéshydratation est potentiellement susceptible de réduire de façon significative la teneur en germes pathogènes et pourrait de ce fait avoir, en complément de son rôle de déshydratation, une capacité d'hygiénisation de certaines boues. Ceci n'a pas été le cas des boues digérées qui ont révélé une réactivation de certaines bactéries après électrodéshydratation. Les phénomènes pouvant expliquer ces observations n'ont pas pu être réellement étudiés au cours de ce travail de thèse.

**Mots clés :** boues résiduaire ; conductivité électrique ; électrodéshydratation ; hygiénisation des boues ; paramètres physico-chimiques.

## Abstract

The volumes of residual sludges are constantly increasing, and the issue of their dehydration is a major concern for wastewater treatment plants. Electrodeewatering is a hybrid liquid-solid separation process that combines the application of pressure with an electric field. The goal of this thesis was to clarify the relationship between sludge composition and process performance, as well as to study the influence of the electrical current on the microbiological content of the sludge. This work has been conducted using a lab-scale device, based on tests performed under a low pressure of 36 kPa and a constant imposed electric current of 320 mA. Several sludges from different origins were used during the works of this thesis. For every sludge several physico-chemical properties were measured notably the volatile suspended solids, the surface charge, the electrical conductivity and exocellular polymers. Initially, we studied the influence of physico-chemical properties on the performances of the process. This work showed that: (i) the dry solids gain is significantly influenced by volatile suspended solids and electrical conductivity (ii) the energy consumption is affected by the initial dry solids matter, volatile suspended solids ratio, electrical conductivity and surface charge; (iii) the dehydration kinetics is influenced by the initial dry solids and the concentration of soluble exocellular polymers (EPS). In a subsequent phase, we focused on sludge electrical conductivity by modifying it at the laboratory by adding graphite particles and saline solutions. A clear description of the impact of electrical conductivity on process performances was challenging because this parameter is interdependent with other physico-chemical properties. However, this study revealed that there is an optimum conductivity for the studied sludge and that it is possible to optimize the electrodeewatering process by modifying the electrical conductivity of the solid or the liquid phase. Finally, during this thesis work, we also attempted to evaluate the potential of the electrodeewatering process to partially sanitize residual sludges (an aspect that is rarely studied in the literature). Based on various urban and industrial sludges with different microbial populations, we observed that the electrodeewatering process has the potential to significantly reduce the content of pathogenic microorganisms. Therefore, in addition to its dehydration role, it could have a sanitization capacity for some types of sludges. This was not the case for digested sludge, which revealed a reactivation of certain bacteria after electrodeewatering. Unfortunately, the phenomena explaining these observations could not be thoroughly studied during this thesis work.

**Key words:** electrical conductivity; electrodeewatering; physico-chemical properties; residual sludge; sanitization of sludge.



## Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon encadrant de thèse Jérémy Olivier pour sa confiance et son engagement tout au long de ce parcours de recherche. Je souhaite également remercier Jean Vaxelaire pour son expertise et sa contribution essentielle à l'aboutissement de ces travaux de recherche.

Mes remerciements vont également à Magali Ranchou-Peyruse, Anthony Ranchou-Peyruse et Marion Guignard pour leur collaboration dans les travaux de recherches concernant la partie microbiologique.

Je suis reconnaissante envers l'ensemble du personnel du LaTEP et de l'ENSGTI pour leur accueil et d'avoir mis à ma disposition les ressources nécessaires. Jean Michel Sorbet pour son accueil et de passer à mon labo au sous-sol avant de m'enfermer à clés dans le bâtiment, Anne-Laure Lefloch pour tous les dépannages et la recherche d'échantillons de boues, Marc Bagole qui a passé des semaines dans l'atelier à me confectionner des pièces pour mes essais, ainsi que Patricia Capdet pour tous les coups de fils pour m'annoncer qu'il y a du budget à écouler et que je pouvais donc commander du matériel ou des consommables. Sans oublier Félix le chat qui était mon laborantin et mon meilleur compagnon de thèse, qu'il repose en paix. Sans l'ensemble du personnel, cette thèse n'aurais pas vu le jour.

Je tiens à remercier chaleureusement mes collègues doctorants, post-doctorants et ingénieurs de recherche pour leur présence et leur soutien moral tout au long du chemin. Merci aux anciens d'avoir mis en place une belle dynamique au sein des jeunes du labo : Marie qui m'a accueilli au coin de la photocopieuse et qui a été d'un soutien infaillible, Régis qui m'a vu passer par tous les états, Perla pour son sourire qui donne la pêche, Pedro et ses histoires de sciences, ainsi que Cassie Julie et Sonia pour tous nos échanges. Merci aux plus jeunes pour les cafés gourmands, les vendredi p'tit déj ainsi que de m'avoir permis de chausser des baskets de running et un bonnet de natation pour prendre soin de moi : Alix qui a été d'un soutien infaillible, Jean qui m'a toujours

encouragé, Malik le super coach, Matheus l'atypique, Mateus et sa douceur, Arthur et ses blagues à deux balles ainsi que Jefferson et sa gentillesse infinie.

Je tiens également à remercier tous mes amis d'ici et d'ailleurs, Meryem pour nos voyages, Imane pour son soutien à distance ainsi que le gang Pau'wer pour nos escapades qui arrivaient au bon moment.

Mes remerciements vont bien entendu à ma famille. A ma belle-famille, merci pour votre soutien sans faille. Mes parents pour leur amour et par ce qu'ils m'ont éduqué à aller jusqu'au bout de ce que j'entreprends. Mes frères et sœurs pour leur présence tout au long de cette aventure. Mes neveux et ma nièce, ces petits monstres qui rajoutent un peu de douceur (et de piment) dans la famille. Sans oublier mes grands-parents qui sont ma source d'inspiration.

Enfin je dédie cette thèse à mon mari, sans qui ce travail de thèse n'aurait jamais vu le jour. Merci d'avoir cru en moi plus que n'importe qui sur cette terre, y compris moi-même. Le chemin a été dur, et tu as su prendre ma main dans les moments douloureux et surtout la relâcher quand il le fallait pour aller jusqu'au bout. Je suis reconnaissante de t'avoir à mes côtés le long de cette aventure.



# Table des matières

Chapitre I. Bibliographie générale .....	22
I.1. Procédés d’assainissement des eaux usées.....	22
I.1.1. Prétraitement.....	22
I.1.2. Traitement primaire.....	23
I.1.3. Traitement secondaire.....	23
I.1.4. Traitement tertiaire .....	23
I.2. Production des boues résiduares.....	23
I.3. Procédés de traitement des boues résiduares .....	24
I.3.1. Epaississement.....	25
I.3.2. Déshydratation .....	25
I.3.3. Conditionnement.....	26
I.3.4. Stabilisation-hygiénisation.....	26
I.4. Filières d’élimination et de valorisation des boues déshydratées .....	26
I.4.1. L’incinération .....	27
I.4.2. La valorisation agricole .....	27
I.5. Procédé d’électrodéshydratation .....	28
I.5.1. Phénomènes électrocinétiques liés à l’application d’un courant électrique .....	29
I.5.1.1. Electrophorèse.....	30
I.5.1.2. Electro-osmose .....	31
I.5.1.3. Electromigration .....	34
I.5.2. Réactions électrochimiques aux électrodes .....	34
I.6. Impact des paramètres opératoires sur les performances du procédé d’électrodéshydratation .....	36

I.7. Impact des propriétés physico-chimiques des boues sur l'électrodéshydratation.....	39
I.7.1. Charge de surface et potentiel zéta.....	39
I.7.2. pH.....	39
I.7.3. Conductivité électrique.....	41
I.7.4. Hydrophobicité .....	43
I.7.5. Polymères exocellulaires (EPS) .....	44
I.8. Impact du procédé d'électrodéshydratation sur l'hygiénisation des boues .....	47
Références bibliographiques .....	53
Chapitre II. Matériels et méthodes.....	62
II.1. Echantillons de boues .....	62
II.2. Caractérisation physico-chimique des boues .....	64
II.2.1. Matières sèches et matières volatiles .....	64
II.2.1.1. Protocole expérimental .....	64
II.2.1.2. Répétabilité.....	65
II.2.2. pH et conductivité électrique .....	65
II.2.2.1. Répétabilité.....	65
II.2.3. Charge de surface .....	66
II.2.3.1. Protocole expérimental .....	66
II.2.3.2. Répétabilité.....	67
II.2.4. Hydrophobicité relative .....	67
II.2.4.1. Protocole expérimental .....	67
II.2.4.2. Répétabilité.....	67
II.2.5. EPS.....	68
II.2.5.1. Extraction des EPS.....	68

II.2.5.2. Dosage des EPS .....	69
II.2.5.3. Détermination de la teneur en EPS .....	74
II.3. Essais d'électrodéshydratation .....	75
II.3.1. Dispositif expérimental .....	75
II.3.2. Procédure expérimentale .....	76
II.3.3. Répétabilité .....	77
II.4. Essais de compression .....	77
II.4.1. Dispositif expérimental .....	77
II.4.2. Procédure expérimentale .....	78
II.4.3. Répétabilité .....	79
II.5. Modification de la conductivité électrique des boues .....	79
II.6. Modification de la conductivité de la phase solide .....	79
II.7. Modification de la conductivité de la phase liquide .....	79
II.8. Caractérisation microbiologique des boues résiduaires .....	80
II.8.1. Tests de viabilité .....	80
II.8.2. Etude moléculaire .....	80
II.8.2.1. Co-extraction des acides nucléiques .....	81
II.8.2.2. Retro- transcription des ARN en ADNc .....	81
II.8.2.3. Séquençage haut-débit du gène codant pour l'ARNr 16S .....	81
II.8.2.4. PCR quantitative .....	82
Références bibliographiques .....	83
Chapitre III. Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation .....	85
III.1. Introduction .....	85

III.2. Caractérisation physico-chimique .....	94
III.3. Mesure des performances du procédé d'électrodéshydratation sur les échantillons de boues.....	96
III.4. Analyse statistique .....	104
III.4.1. Régressions linéaires simples .....	104
III.4.2. Régressions linéaires multivariées.....	108
III.4.3. Approche combinant les différentes variables.....	113
III.4.3.1. Etude sur le gain de siccité .....	113
III.4.3.2. Etude sur la cinétique d'électrodéshydratation .....	117
III.4.3.3. Etude sur la consommation globale d'énergie .....	120
III.5. Conclusion.....	124
Références Bibliographiques .....	126
Chapitre IV. Impact de la conductivité électrique des boues sur les performances de l'électrodéshydratation .....	130
IV.1. Introduction .....	130
IV.2. Impact de la modification de la conductivité électrique sur les propriétés physico-chimiques de la boue .....	138
IV.2.1. Impact de l'ajout de sel sur les propriétés physico-chimiques de la boue .....	138
IV.2.1.1. Impact de l'ajout de sel sur la déshydratabilité de la boue .....	138
IV.2.1.2. Impact de de l'ajout de sel sur la conductivité, les EPS et la charge de surface .....	142
IV.2.2. Impact de l'ajout de graphite sur les propriétés physico-chimiques de la boue ....	143
IV.2.2.1. Impact de l'ajout de graphite sur la déshydratabilité de la boue .....	143
IV.2.2.2. Impact de l'ajout de graphite sur les propriétés physico-chimiques de la boue .....	146

IV.3. Etude de la modification de la conductivité de la phase liquide sur les performances de l'électrodéshydratation à intensité constante (I-EDW) .....	150
IV.3.1. Impact sur la cinétique de déshydratation.....	150
IV.3.1.1. Etape de dessalement .....	150
IV.3.1.2. Cinétique de déshydratation .....	151
IV.3.1.3. Taux de déshydratation .....	152
IV.3.2. Impact sur la consommation d'énergie.....	160
IV.4. Etude de la modification de la conductivité de la phase solide sur les performances de l'électrodéshydratation à intensité constante (I-EDW) .....	163
IV.4.1. Impact sur la cinétique et le taux de déshydratation.....	163
IV.4.1.1. Etape de dessalement .....	164
IV.4.1.2. Cinétique de déshydratation .....	165
IV.4.1.3. Taux de déshydratation .....	169
IV.4.2. Impact sur la consommation d'énergie.....	172
IV.5. Conclusion.....	176
Références Bibliographiques .....	178
Chapitre V. Impact de l'électrodéshydratation sur l'hygiénisation des boues.....	185
V.1. Introduction.....	185
V.2. Classification des bactéries.....	186
V.3. Echantillons étudiés et mesures microbiologiques effectuées.....	187
V.4. Etude de l'effet de l'électrodéshydratation sur les microorganismes .....	188
V.4.1. Résultats des tests de viabilité réalisés par la technique Live and Dead .....	188
V.4.2. Résultats des mesures de la quantification de l'activité de l'ADN des microorganismes .....	192
V.4.3. Analyse des résultats par séquençage haut-débit de gène codant pour l'ARNr16S.	197

V.4.4. Evolution de la diversité microbienne à l'échelle de la famille .....	199
V.5. Conclusion.....	207
Références Bibliographiques .....	209
Conclusion générale.....	212

## Abréviations

ADN : acide désoxyribonucléique

AH : acides humiques

CE : conductivité électrique

COT : carbone organique total

CS : charge de surface

DCO : demande chimique en oxygène

DCOT : demande chimique en oxygène totale

DCOS : demande chimique en oxygène soluble

DS : siccité

DS<sub>i</sub> : siccité initiale

DS<sub>f</sub> : siccité finale

ΔDS : gain de siccité

EDW : électrodéshydratation

U-EDW : essais d'électrodéshydratation à tension constante

I-EDW : essais d'électrodéshydratation à intensité constante

EPS : polymères exocellulaires

B-EPS : polymères exocellulaires liés

S-EPS : polymères exocellulaires solubles

tot-EPS : polymères exocellulaires totaux

MS : matières sèches

MES : matières en suspension

MVS : matières volatiles sèches

ORP : potentiel d'oxydoréduction

PR : protéines

PS : polysaccharides

$Q_f$  : débit de filtrat

RSF : résistance spécifique à la filtration

STEP : station d'épuration des eaux usées

$U_c$  : taux de consolidation de la boue

## Notations

A : surface de filtration ( $m^2$ )

$C_b$  : conductivité électrique de la boue (mS/cm)

$c_i$  : concentration de l'espèce chimique i ( $mol.m^{-3}$ )

D : constante diélectrique ( $F.m^{-1}$ )

DS : siccité (%)

$DS_i$  : siccité initiale (%)

$DS_f$  : siccité finale (%)

E : gradient du potentiel électrique ( $V.m^{-1}$ )

$E_{tot}$  : énergie consommée totale (kWh/kg<sub>filtrat</sub>)

I : densité courant électrique ( $A/m^2$ )

$J_i$  : flux molaire de l'espèce i ( $mol.m^{-2}.s^{-1}$ )

$K_{I-EDW}$  : coefficient de cinétique de déshydratation ( $g.s^{-1}.A^{-1}$ )

P : pression appliquée (Pa ou Bar)

$q_E$  : vitesse électrophorétique ( $m.s^{-1}$ )

$Q_f$  : débit de filtrat (m/s)

$Q_{eo}$  : débit d'électroosmose ( $m^3.s^{-1}$ )

RSF : résistance spécifique à la filtration (m/kg)

$U_c$  : taux de consolidation de la boue (-)

$u_{eo}$  : vitesse interstitielle d'électro-osmose

$u_{eo}/u_i$  : mobilité électrophorétique ( $m^2.V^{-1}.s^{-1}$ )

$W$  : masse de boue déposée par volume de filtrat ( $\text{kg/m}^3$ )

$\varepsilon$  : porosité du gâteau (-)

$\lambda_b$  : conductivité électrique spécifique de la boue ( $\text{S.m}^{-1}$ )

$\lambda_{\text{Debye}}$  : longueur de Debye (nm)

$\rho_b$  : résistivité électrique de la boue ( $\Omega.\text{m}$ )

$\zeta$  : potentiel zéta (V)

$\mu$  : viscosité dynamique (Pa.s)

## Liste des tableaux

Tableau I-1. Tableau résumant les résultats de la littérature par rapport à l'impact de la conductivité sur la déshydratation pendant le procédé d'EDW .....	42
Tableau I-2. Principales études de l'impact de l'électrodéshydratation sur l'hygiénisation des boues.....	50
Tableau II-1. Informations sur l'origine des boues étudiées .....	63
Tableau II-2. Exemple de répétabilité de mesure de siccité et MVS (boue AS-L) .....	65
Tableau II-3. Exemple de la répétabilité de mesure de pH et de conductivité électrique (boue AS-L).....	66
Tableau II-4. Exemple de répétabilité de la mesure de teneur en charge de surface (boue AS-L) .....	67
Tableau II-5. Exemple de répétabilité de la mesure d'hydrophobicité relative (boue AS-L) .....	68
Tableau II-6. Préparation de la solution tampon pour 1L d'eau distillée .....	69
Tableau II-7. Exemple de répétabilité de la teneur en EPS (boue AS-L).....	74
Tableau III-1. Bibliographie de l'étude de l'impact des paramètres physico-chimiques des boues biologiques initiales sur les performances de l'EDW.....	87
Tableau III-2. Bibliographie de l'études de l'impact des paramètres physico-chimiques des boues biologiques initiales sur la siccité finale, le gain de siccité ou le débit de filtrat.....	90
Tableau III-3. Bibliographie de l'études de l'impact des paramètres physico-chimiques des boues biologiques initiales sur la consommation d'énergie .....	92
Tableau III-4. Caractérisation physico-chimique des boues .....	95
Tableau III-5. Gains de siccité, cinétiques et consommations globales d'énergie pour les échantillons de boues étudiés .....	100
Tableau III-6. Coefficients de corrélation de Pearson (R) entre le gain de siccité, la cinétique de déshydratation, l'énergie consommée globale et les paramètres physico-chimiques ( $p < 0.05$ )	109
Tableau III-7. Bibliographie des équations obtenues à partir de tests de régression linéaire multivariable .....	110
Tableau IV-1. Propriétés physico-chimiques des boues modifiées avec des solutions de NaCl	142

Tableau IV-2. Effets prévisibles de l'ajout de NaCl sur l'électrodéshydratation .....	143
Tableau IV-3. Propriétés physico-chimiques des boues modifiées avec le graphite .....	147
Tableau IV-4. Effets prévisibles de l'ajout de graphite sur l'électrodéshydratation .....	149
Tableau IV-5. Coefficient de cinétique de déshydratation pour les boues modifiées avec NaCl .....	152
Tableau IV-6. Résumé des résultats de la littérature ayant effectué des essais en modifiant la conductivité électrique des boues.....	153
Tableau IV-7. Taux de déshydratation calculée pour les boues modifiées avec NaCl .....	158
Tableau IV-8. Taux de déshydratation calculée pour les boues modifiées avec CaCl <sub>2</sub> .....	159
Tableau IV-9. Energie consommée pour les échantillons de boues modifiés avec NaCl .....	161
Tableau IV-10. Coefficient de cinétique de déshydratation pour les boues modifiées avec le graphite.....	169
Tableau IV-11. Taux de déshydratation observés par l'étude de (Huang et al., 2022) .....	170
Tableau IV-12. Taux de déshydratation calculée pour les boues modifiées avec le graphite....	171
Tableau IV-13. Energie consommée pour passer de 21% à 31% de siccité, pour les échantillons de boues modifiés avec le graphite .....	175
Tableau V-1. Ratios ADNc/ADN .....	196
Tableau V-2. Quantification de l'ADNc et ADNt pour familles de bactéries identifiées, avant et après U-EDW (50V) (boues AS-L) .....	202
Tableau V-3. Evolution des valeurs des familles de bactéries identifiées avant après U-EDW (50V) ; boue IS-J .....	203
Tableau V-4. Evolution des valeurs des familles de bactéries identifiées avant après EDW ; boue DS-M.....	206

## Liste des figures

Figure I.1. Filière de traitement des eaux usées.....	22
Figure I.2. Evolution de la production annuelle de boues résiduaires urbaines en France, d'après (Eurostat, 2020) .....	24
Figure I.3. Les procédés de concentration des boues .....	25
Figure I.4. Répartition de la destination finale des boues résiduaires en France (AMORCE, 2019) .....	27
Figure I.5. Représentation schématique de la compression mécanique et du procédé d'électrodéshydratation (adapté de (Mahmoud et al., 2010)) .....	29
Figure I.6. Représentation des phénomènes électrocinétiques (schéma adapté de (Vijh, 1999)) .....	30
Figure I.7. Schéma de la double couche électronique dans un pore .....	32
Figure I.8. Evolution du potentiel zéta des boues avec le pH (Citeau et al., 2011) .....	40
Figure I.9. Représentation des formes d'EPS (adapté de (Wingender et al., 1999)) .....	45
Figure I.10. Structure secondaire de protéine dans les EPS .....	47
Figure II.1. Protocole de dosage des protéines et des substances humiques .....	71
Figure II.2. Courbe d'étalonnage du dosage des protéines avec le sérum albumine bovin .....	72
Figure II.3. Courbe d'étalonnage du dosage des substances humiques avec les acides humiques .....	72
Figure II.4. Protocole de dosage des polysaccharides .....	73
Figure II.5. Courbe d'étalonnage du dosage des polysaccharides avec du $\alpha$ -D-glucose .....	74
Figure II.6. Représentation de la cellule d'électrodéshydratation .....	75
Figure II.7. Photo du dispositif expérimental.....	76
Figure II.8. Exemple de répétabilité des essais d'EDW à intensité constante (I-EDW) pour la boue AS-L .....	77
Figure II.9. Représentation de la cellule de filtration-compression .....	78
Figure III.1. Evolution de la siccité au cours du temps pendant les essais d'EDW pour l'intégralité des échantillons de boue étudiés .....	97

Figure III.2. Evolution de la tension électrique au cours du temps pendant les essais d'EDW de la boue DS-B.....	98
Figure III.3. Performance des tests d'EDW pour les différentes boues en termes ; a : de gain de siccité et de cinétique ; b : de gain de siccité et de consommation globale d'énergie .....	102
Figure III.4. Corrélations linéaires simples entre le gain de siccité et les paramètres physico-chimiques .....	105
Figure III.5. Corrélations linéaires simples entre le coefficient de cinétique $K_{I-EDW}$ et les paramètres physico-chimiques .....	106
Figure III.6. Corrélations linéaires simples entre la consommation globale d'énergie et les paramètres physico-chimiques.....	107
Figure III.7. Comparaison entre les valeurs expérimentales des gains de siccité mesurés sur les différentes boues avec les gains de siccités estimés par l'Équation III-7 .....	111
Figure III.8. Comparaison entre les valeurs expérimentales des siccités finales mesurées sur les différentes boues avec siccités finales estimées par les Équation III-8 et Équation III-9.....	112
Figure III.9. Corrélation linéaire entre l'indice à 2 paramètres (MVS et CE) et le gain de siccité .....	114
Figure III.10. Corrélation linéaire entre l'indice à 4 paramètres (MVS, CE, CS et ORP) et le gain de siccité .....	116
Figure III.11. Comparaison entre les valeurs expérimentales des gains de siccité mesurés sur les différentes boues avec les gains de siccités estimés par les Équation III-12et Équation III-13..	117
Figure III.12. Corrélation linéaire entre l'indice à 2 paramètres ( $MS_i$ , S-EPS) et la cinétique de l'électrodéshydratation .....	118
Figure III.13. Comparaison entre les valeurs expérimentales des constantes de cinétique mesurées sur les différentes boues avec les constantes de cinétique estimées par l'Équation III-16 .....	119
Figure III.14. Corrélation linéaire entre l'indice d'évaluation de la consommation énergétique à 1 paramètres ( $MS_i$ ) et la consommation globale d'énergie .....	121
Figure III.15. Corrélation linéaire entre l'indice d'évaluation de consommation énergétique à 4 paramètres ( $MS_i$ , MVS, CE, CS) et la consommation globale d'énergie .....	122

Figure III.16. Comparaison entre les valeurs expérimentales des constantes de cinétique mesurées sur les différentes boues avec les constantes de cinétique estimées par l'Équation III-19 .....	123
Figure IV.1. Evolution de : a. $t/m_f = f(m_f)$ , et b. la siccité au cours du temps lors des essais de filtration-compression à 5 bars pour la boue modifiée avec NaCl .....	140
Figure IV.2. Courbe de compressibilité de la boue modifiée avec NaCl.....	141
Figure IV.3. Evolution de : a. $t/m_f = f(m_f)$ , et b. la siccité au cours du temps lors des essais de filtration-compression à 5 bars pour la boue modifiée avec le graphite .....	145
Figure IV.4. Courbe de compressibilité de la boue modifiée avec du graphite.....	146
Figure IV.5. Evolution de la siccité au cours du temps des boues modifiées avec NaCl .....	151
Figure IV.6. Schéma d'un pore et modélisation du circuit électrique en série .....	155
Figure IV.7. Evolution de la résistance électrique apparente des boues modifiées avec NaCl..	157
Figure IV.8. Distribution de la matière sèche résiduelle et du filtrat éliminé par EDW des boues modifiées avec NaCl.....	158
Figure IV.9. Evolution de la siccité au cours du temps pour les boues modifiées avec le graphite .....	165
Figure IV.10. Modélisation du circuit électrique dans la boue en tenant compte des phases liquides et solides.....	167
Figure IV.11. Modélisation du circuit électrique en tenant compte des phase solide et liquide et de la couche de boue de siccité élevée à la cathode.....	168
Figure IV.12. Distribution de la matière sèche résiduelle et du filtrat éliminé par EDW des boues modifiées avec le graphite .....	171
Figure IV.13. Evolution de la résistance électrique apparente des boues modifiées avec le graphite .....	173
Figure V.1. Pourcentage des microorganismes vivants et morts dans les filtrats des boues brutes ( $t_0$ ) et dans les filtrats après essais d'EDW avec différents modes opératoires (U-EDW et I-EDW). a. boue AS-L ; b. boue DS-M ; c. boue IS-St ; d. boue IS-J.....	190
Figure V.2. Quantité de microorganismes actifs (ADN) et inactifs (ADNc) avant EDW ( $t_0$ ) et après EDW (50V). a. boue AS-L ; b. boue DS-M ; c. boue IS-St ; d. boue IS-J .....	194

Figure V.3. Séquençage de l'ADN actif (ADNc) dans le but de visualiser l'évolution des souches bactériennes pour la boue AS-L.....	198
Figure V.4. Explication sur le regroupement des souches en famille.....	200
Figure V.5. Distribution des familles bactériennes avant et après U-EDW (50V) ; boue urbaine activée AS-L.....	201
Figure V.6. Distribution des familles bactériennes avant et après U-EDW(50V) ; boue activée de fromagerie IS-J .....	203
Figure V.7. Distribution des familles bactériennes avant et après U-EDW (50V) ; boue digérée urbaine (DS-M).....	205



## Contexte général

Au cours des dernières décennies, les volumes des eaux usées urbaines et industrielles ont augmenté. Les procédés d'épuration des eaux usées urbaines ou industrielles génèrent des sous-produits. Les plus contraignants sont les boues résiduaires qui constituent des déchets volumineux sous forme de suspension aqueuse qui contient généralement de 95 à 99% d'eau. Ces boues sont généralement difficiles à déshydrater et contiennent des éléments polluants de diverses natures tels que des matières organiques fermentescibles, des microorganismes pathogènes, des éléments traces métalliques, etc. Le coût de leur traitement et de leur transport peut atteindre jusqu'à 60% du budget total de fonctionnement de la station d'épuration. Avant transport et valorisation (ou élimination), une séparation liquide-solide est généralement nécessaire pour éliminer autant d'eau que possible. Actuellement, les procédés de déshydratation mécaniques sont largement utilisés et permettent une réduction significative de la teneur en eau. Cependant, même après cette déshydratation mécanique, les boues contiennent encore de grandes quantités d'eau qui ne peuvent être éliminées que par des méthodes de déshydratation plus poussées. Parmi ces méthodes, le procédé d'électrodéshydratation a suscité beaucoup d'intérêt ces dernières années en tant que solution pour améliorer l'efficacité du processus de séparation liquide-solide, avec une consommation énergétique moindre (par rapport au séchage thermique). Il permet d'augmenter significativement la teneur en matières sèches et d'accélérer la cinétique de déshydratation, par rapport aux procédés purement mécaniques. Néanmoins, le développement du procédé d'électrodéshydratation reste limité notamment du fait d'un risque d'échauffement ohmique important, de la corrosion des électrodes, de l'alcalinisation ou de l'acidification du filtrat et de l'augmentation exponentielle de la consommation d'énergie à un stade tardif du processus lorsque la teneur en eau diminue. De plus, dernièrement, les études se multiplient sur l'intérêt de ce procédé sur telle ou telle boue car aucun paramètre prédictif n'existe. Il n'est donc pas possible de savoir si le procédé sera efficace sur une boue donnée en termes de gain de siccité, de cinétique de déshydratation et de consommation d'énergie. En effet, si les paramètres opératoires (pression, tension ou intensité appliquées,...) du procédé ont beaucoup été étudiés,

peu d'articles scientifiques se sont intéressés à l'impact des propriétés physico-chimiques des boues sur les performances du procédé. Dans ce contexte, ce travail de thèse vise à étudier l'impact des propriétés physico-chimiques des boues sur les performances du procédé d'électrodéshydratation notamment en termes de cinétique de déshydratation, de consommation énergétique et de gain de siccité. D'autre part, peu d'études dans la littérature scientifique se sont focalisées sur l'impact que pouvait avoir l'électrodéshydratation sur la communauté bactérienne présente au sein des boues et sur le pouvoir hygiénisant potentiel de ce procédé. Ce travail de thèse initie donc également un travail sur cette question.

Ainsi le manuscrit se décline en cinq chapitres :

Le Chapitre I présente de manière générale les procédés de traitement des eaux usées et les filières de traitement et de valorisation des boues actuelles. Il décrit plus particulièrement la littérature liée à l'impact des propriétés physico-chimiques des boues sur le procédé d'électrodéshydratation, mais également la littérature sur l'impact que pourrait avoir ce procédé en termes d'hygiénisation des boues.

Le Chapitre II décrit les moyens expérimentaux et les techniques analytiques utilisées pour réaliser les travaux expérimentaux.

Le Chapitre III s'intéresse à l'influence des propriétés physico-chimiques de dix boues différentes sur les performances du procédé d'électrodéshydratation en termes de cinétique de déshydratation, de consommation énergétique et de gain de siccité. Des modèles statistiques ont été proposés pour faire le lien entre les propriétés initiales des boues et les paramètres de performance.

Le Chapitre IV se concentre plus précisément à la conductivité électrique des boues et sur son influence sur les performances du procédé. La composition d'une boue a été modifiée pour mesurer l'impact de la variation de sa conductivité électrique liquide et sa conductivité électrique solide.

Le Chapitre V est consacré à l'impact du procédé d'électrodéshydratation sur l'activité de la population microbienne de quatre boues différentes afin d'étudier son potentiel d'hygiénisation.

Enfin, la partie Conclusions générales présente une discussion générale des principaux résultats obtenus, et des perspectives liées à ces travaux de thèse.



## Chapitre I. Bibliographie générale

### I.1. Procédés d'assainissement des eaux usées

Une station d'épuration des eaux usées consiste en général en une succession d'opérations visant à éliminer la pollution (organique et minérale, soluble et particulaire) afin de rejeter une eau épurée dans le milieu naturel (cours d'eau, mer...). La Figure I.1 représente les étapes classiques de traitement mises en œuvre dans une station d'épuration (STEP) de type boue activée.

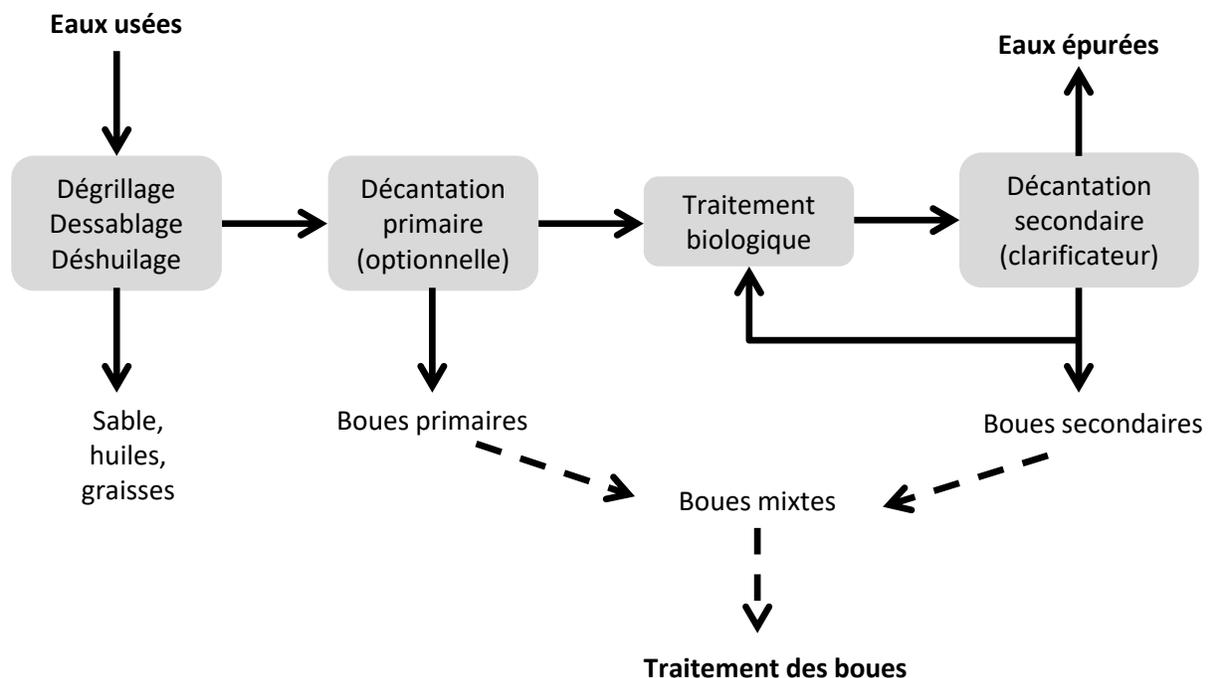


Figure I.1. Filière de traitement des eaux usées

#### I.1.1. Prétraitement

Le prétraitement a pour but d'éliminer une partie de la pollution non soluble, en retenant notamment les éléments volumineux à l'aide d'une grille (dégrillage) et les éléments particuliers tels que les sables (par décantation) et les graisses (par flottation) au sein du dessableur-dégraisseur.

### I.1.2.Traitement primaire

Le traitement primaire consiste à éliminer une partie des matières en suspension (MES) restantes par décantation. Cette étape (facultative) conduit à la production de boues dites primaires.

### I.1.3.Traitement secondaire

Le traitement secondaire a pour objectif d'éliminer en partie la pollution soluble et la pollution particulaire restante. Dans le procédé à boues activées cette épuration est réalisée par voie biologique grâce à des micro-organismes (principalement des bactéries) qui forment ce qu'on appelle communément les boues secondaires. Ces dernières sont séparées de l'eau épurée au sein d'un décanteur dit secondaire (ou clarificateur). Une partie est renvoyée dans les bassins biologiques et une autre (correspondant aux boues en excès suite à la croissance microbienne) est extraite du système afin de conserver une concentration en biomasse constante dans les bassins biologiques. Cette seconde partie correspond aux boues secondaires qu'il faudra traiter et si possible valoriser.

### I.1.4.Traitement tertiaire

Dans certaines situations (milieu naturel récepteur très fragile, périodes d'étiage...) un traitement complémentaire, dit tertiaire, peut être requis afin d'accroître la qualité de l'eau rejetée. Les éléments indésirables visés par ce traitement complémentaires peuvent être les MES et la demande chimique en oxygène (DCO) résiduelles, le phosphore, ou encore des composés spécifiques tels que des pesticides, des métaux, des détergents, etc.

## I.2.Production des boues résiduaires

Du fait de l'augmentation de plus en plus importante des volumes d'eaux usées urbaines et industrielles due au développement de l'urbanisation et de l'industrialisation et à des politiques allant vers un traitement de plus en plus important des rejets, les procédés de traitement des eaux usées génèrent de plus en plus de boues. En France, près de 1,2 millions de tonnes de matières sèches (MS) ont été produites en 2017 comparé à moins de 950 000 en 2003 (Figure I.2), ce qui représente près de 20 kg de boue (en MS) par an et par habitant (en 2017). Sachant que les boues issues de la filière de traitement des eaux sont principalement constituées d'eau,

jusqu'à 99% massique d'eau, la production en boues brutes (non déshydratées) représente des quantités et des volumes énormes qu'il faut traiter.

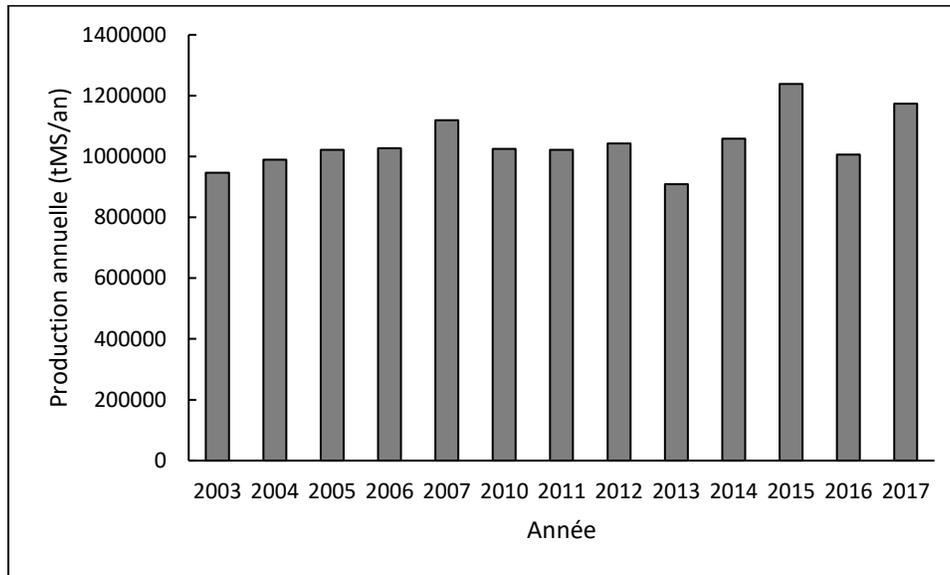


Figure I.2. Evolution de la production annuelle de boues résiduaires urbaines en France, d'après (Eurostat, 2020)

Les coûts liés à la gestion des boues représentent plus de 50% des coûts totaux des stations d'épuration des eaux usées (STEP) (Appels *et al.*, 2008). Outre le problème financier, la problématique liée à la gestion des boues et leur traitement est principalement liée à la complexité et la composition de ce milieu avec une forte variabilité liée à l'activité microbienne et une déshydratation généralement difficile. Une bonne gestion de ce problème semble passer par : (i) la mise en place de procédés de traitement des eaux produisant moins de boues, et (ii) le développement de technologies de traitement des boues efficaces et raisonnablement énergivores.

### I.3. Procédés de traitement des boues résiduaires

Comme nous venons de le voir précédemment, la filière eau d'une STEP génère inévitablement des boues qu'il est nécessaire de traiter et si possible de valoriser. Cette étape est réalisée au niveau de la filière de traitement des boues. Le principal objectif de ce traitement est dans un premier temps de réduire les volumes afin de diminuer les coûts liés au transport, au stockage et

la valorisation (ou élimination) des boues. Cette réduction des quantités de boue se fait généralement grâce à des procédés d'épaississement et/ou de déshydratation (Figure I.3).

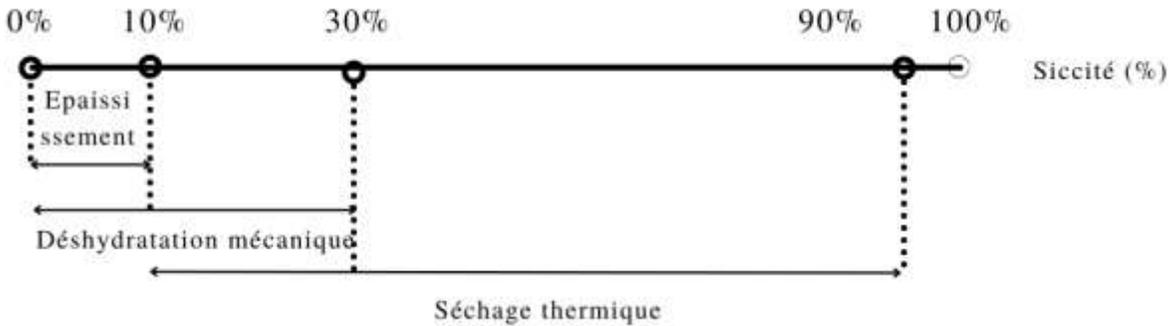


Figure I.3. Les procédés de concentration des boues

Des étapes de stabilisation et d'hygiénisation sont également souvent mises en œuvre afin de réduire les nuisances induites par les boues lors de leur stockage, leur manipulation et/ou leur utilisation.

### I.3.1.Épaississement

Cette étape est mise en œuvre lorsque la suite du traitement (ou la valorisation) nécessite une boue peu concentrée (siccité comprise entre 3% et 6%), c'est le cas notamment de la digestion ou de certains procédés d'épandage. Les principaux procédés utilisés pour réaliser l'épaississement de boues sont les épaisseurs gravitaires, les flottateurs et les tables d'égouttage.

### I.3.2.Déshydratation

Dans de nombreuses STEP les boues subissent une déshydratation dès la sortie des décanteurs. Les procédés classiquement utilisés pour réaliser cette séparation mécanique sont : les filtres à bandes, les filtres presses à plateaux, les presses à vis et les centrifugeuses. En fonction de la technologie utilisée et, de la nature et de l'origine des boues, les siccités obtenues à l'issue de la séparation sont en général comprises entre 16% et 35%. Si pour la suite du traitement une siccité plus importante est requise, il est possible de mettre en place une étape de séchage thermique. Cette étape permet d'atteindre des siccités pouvant aller jusqu'à environ 95%, mais au prix d'un coût énergétique très élevé.

### I.3.3. Conditionnement

La mise en œuvre des étapes de séparation solide-liquide (épaississement et/ou déshydratation mécanique) nécessite généralement un conditionnement préalable de la boue, qui est principalement réalisé par coagulation-floculation. Cela s'effectue habituellement par ajout de coagulants chimiques (à base de chlorure ferrique ou sulfate d'aluminium) et/ou de floculants organiques. Ces réactifs chimiques permettent de modifier certaines propriétés de la boue, notamment sa charge de surface, et favorisent ainsi (par des phénomènes de neutralisation de charge et/ou de pontage) la formation d'agrégats (flocs) dont la taille relativement importante facilite significativement la séparation avec la phase aqueuse.

### I.3.4. Stabilisation-hygiénisation

Une étape de stabilisation-hygiénisation est couramment mise en œuvre (en début ou en fin de traitement) dans le but de réduire les nuisances pouvant être induites par les boues lors de leur stockage, leur manipulation et/ou leur utilisation. La stabilisation a pour objectif de limiter les réactions de fermentation et de réduire ainsi l'émission de mauvaises odeurs. L'hygiénisation a pour but de réduire (voire d'éliminer) les germes pathogènes présents dans les boues qui représentent un risque pour la santé. Plusieurs voies existent pour réaliser ces deux traitements en même temps, les plus courantes sont : le compostage (traitement biologique aérobie), la digestion anaérobie (traitement biologique anaérobie), le chaulage (traitement chimique) et le séchage poussé jusqu'à une siccité supérieure à 90% (traitement thermique).

### I.4. Filières d'élimination et de valorisation des boues déshydratées

Le traitement des eaux résiduaires demeure incomplet si la destination finale des boues n'est pas prise en compte. Le devenir des boues issues de l'assainissement des eaux usées est donc un paramètre très important à intégrer dans la conception globale des filières de la station d'épuration.

Depuis 2002, l'enfouissement de déchets et de boues résiduaires plus spécifiquement est limité en Europe. Les principales issues pour les boues restent donc l'incinération et la valorisation agricole (Figure I.4). Le choix de la destination finale des boues est souvent complexe, il se fait

sur la base de nombreux éléments politiques, économiques, géographiques, technologiques, environnementaux, etc.

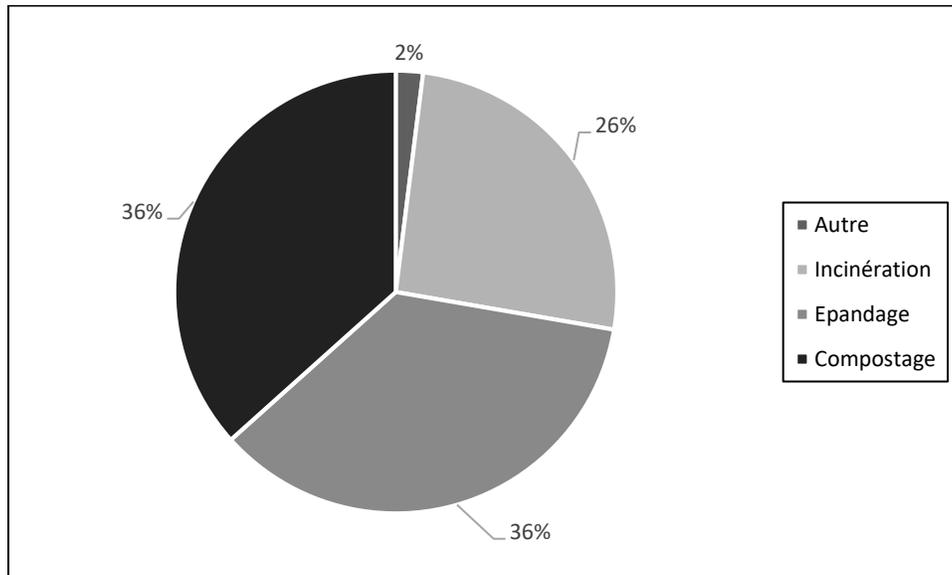


Figure I.4. Répartition de la destination finale des boues résiduaires en France (AMORCE, 2019)

#### I.4.1.L'incinération

En pratique, les boues résiduaires peuvent être incinérées de façon spécifique (boues seules) ou bien co-incinérées avec les déchets ménagers. L'incinération est un procédé thermique qui a pour avantage de pouvoir éliminer presque totalement les boues (il ne reste plus que les cendres). Ses inconvénients majeurs restent cependant, les nuisances environnementales de ses rejets gazeux et son coût énergétique.

#### I.4.2.La valorisation agricole

La valorisation des boues en agriculture est une pratique qui tend à être de plus en plus acceptée par le monde agricole. Elle se base sur le fait que les boues résiduaires contiennent des éléments fertilisants pour les sols (azote, phosphore, oligo-éléments, ...) et peuvent être utilisées comme amendement agricole. Cependant, les boues peuvent aussi contenir des composés indésirables pouvant être nuisibles si leur concentration est trop élevée (éléments traces métalliques, germes pathogènes...). C'est pourquoi une réglementation stricte est nécessaire afin de préciser les compositions acceptables et les modalités techniques d'épandage permettant d'éviter tout risque sanitaire et écologique de contamination des sols et des cultures.

### I.5. Procédé d'électrodéshydratation

Comme nous l'avons mentionné précédemment la déshydratation des boues est une étape importante dans leur traitement. Cependant, les procédés de déshydratation classiquement utilisés ne permettent d'atteindre que des siccités relativement faibles, aux environs de 20% pour des boues biologiques. Pour accroître l'extraction d'eau, il est nécessaire de passer par un séchage thermique, ce qui a un coût énergétique important. L'idée serait donc de trouver des procédés alternatifs permettant de mieux déshydrater les boues (au-delà de 20% de siccité). L'électrodéshydratation (EDW), qui est un procédé hybride combinant force de pression mécanique à l'application d'un champ électrique continu, semble être une technologie adaptée pour réaliser cela. En effet, de nombreuses études ont montré que le procédé d'électrodéshydratation permettait de déshydrater plus rapidement une suspension et d'atteindre des siccités plus élevées que les procédés de compression fonctionnant sans champ électrique, et cela avec une consommation énergétique inférieure à celle du séchage thermique (Citeau *et al.*, 2012b ; Mahmoud *et al.*, 2010, 2011).

Lors du processus de déshydratation mécanique, deux étapes sont généralement mises en œuvre : (i) une première étape de filtration, où la pression permet de déposer le solide sur un média filtrant (gâteau en constitution et/ou toile filtrante) et de mobiliser le liquide à travers ce média ; (ii) une deuxième étape dite de compression qui correspond à une phase de densification du gâteau. Au cours de cette seconde étape, le gâteau subit une compaction ce qui permet de diminuer sa teneur en eau. La filtrabilité et la capacité des boues à être comprimées sont des paramètres essentiels pour appréhender les procédés de déshydratation. Elles dépendent en grande partie des conditions opératoires et des propriétés physico-chimiques de la suspension (dans notre cas la boue).

A la fin de la déshydratation mécanique, un gâteau de boue biologique contient encore une grande quantité d'eau. L'application d'un champ électrique permet de mettre en œuvre des phénomènes électrocinétiques au sein du gâteau de boue, phénomènes qui pour certains entraînent une mobilisation de l'eau et donc son extraction.

Dans la Figure I.5 est représentée la différence de la structuration du gâteau entre une compression mécanique et une électrodéshydratation.

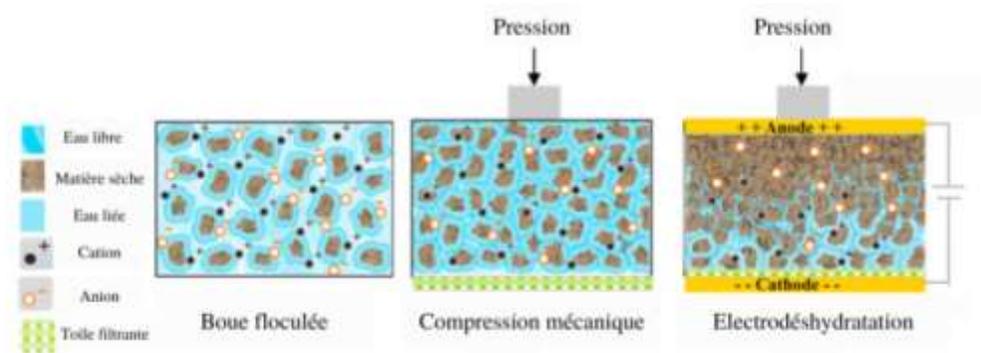


Figure I.5. Représentation schématique de la compression mécanique et du procédé d'électrodéshydratation (adapté de (Mahmoud et al., 2010))

Les boues conditionnées chimiquement (boue floculée) comprennent deux types d'eau dans leur structure : l'eau libre et l'eau liée. Il est souvent admis que l'eau libre peut être en grande partie éliminée par des procédés mécaniques. L'eau liée quant à elle est adsorbée à la surface des particules ou piégée dans les floccs et ne peut pas être éliminée par ces moyens mécaniques. Après l'application d'un courant continu au gâteau de boue, les cations présents dans l'eau sont attirés vers la cathode. En raison de la viscosité, les cations se déplaçant à travers le gâteau entraînent des molécules d'eau vers la cathode et passent ensuite à travers le média filtrant pour être finalement éliminées de la boue en entraînant ainsi une diminution de la masse des boues.

#### I.5.1. Phénomènes électrocinétiques liés à l'application d'un courant électrique

Lors de l'application d'un courant électrique continu sur une matrice solide-liquide trois phénomènes électrocinétiques peuvent se manifester : l'électrophorèse, l'électro-osmose et l'électromigration (Figure I.6).

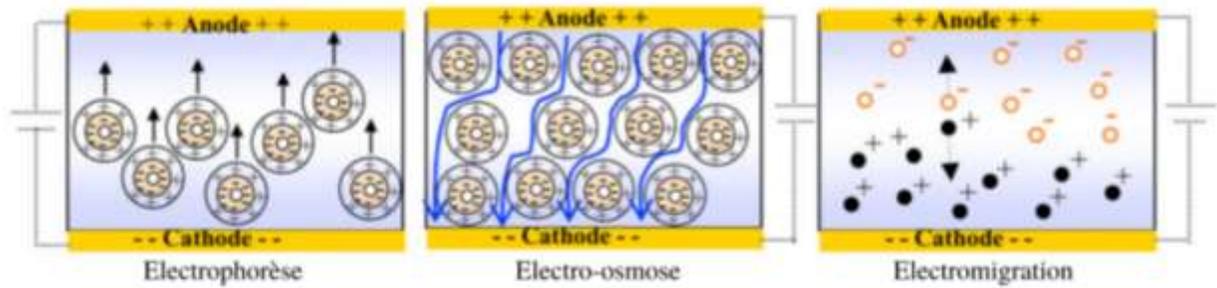


Figure 1.6. Représentation des phénomènes électrocinétiques (schéma adapté de (Vijh, 1999))

### 1.5.1.1. Electrophorèse

L'électrophorèse est le phénomène qui décrit le déplacement de particules chargées sous l'influence d'un champ électrique. Dans le cas des boues biologiques, les matières solides sont constituées principalement de substances organiques, de ce fait les particules solides sont plutôt chargées négativement (présence de nombreux groupements alcool, aldéhyde et acide carboxylique qui se dissocient en solution...). Elles ont donc tendance à être attirées vers l'électrode de charge opposée, c'est-à-dire l'anode.

Pendant les phases initiales d'électrodéshydratation (électro-filtration), le gâteau est en cours de construction et les particules solides de boue présentes dans la suspension non encore consolidée sont libres de se déplacer. Elles sont attirées vers l'anode où se forme, un gâteau. Quand le gâteau est complètement constitué le déplacement des particules de boue devient de plus en plus difficile et le phénomène perd drastiquement de son intensité. (Mahmoud *et al.*, 2010 ; Tuan *et al.*, 2012).

Pour un champ électrique uniforme et peu important, la vitesse électrophorétique est

p

r

o

$$q_E = u_E * E \text{ (Équation 1.1)}$$

Avec  $q_E$  la vitesse électrophorétique ( $m.s^{-1}$ ),  $u_E$  la mobilité électrophorétique ( $m^2.V^{-1}.s^{-1}$ ) et  $E$  le champ électrique ( $V.m^{-1}$ ).

La mobilité électrophorétique est définie selon le modèle de Helmholtz-Smoluchowski selon

$$u_E = \frac{D\zeta}{\mu} \text{ (Équation 1.2)}$$

o

n

n

$$u_E = \frac{D\zeta}{\mu} \text{ (Équation 1.2)}$$

Avec

Comme

1.5.1.2. Electro-osmose

L'électro-

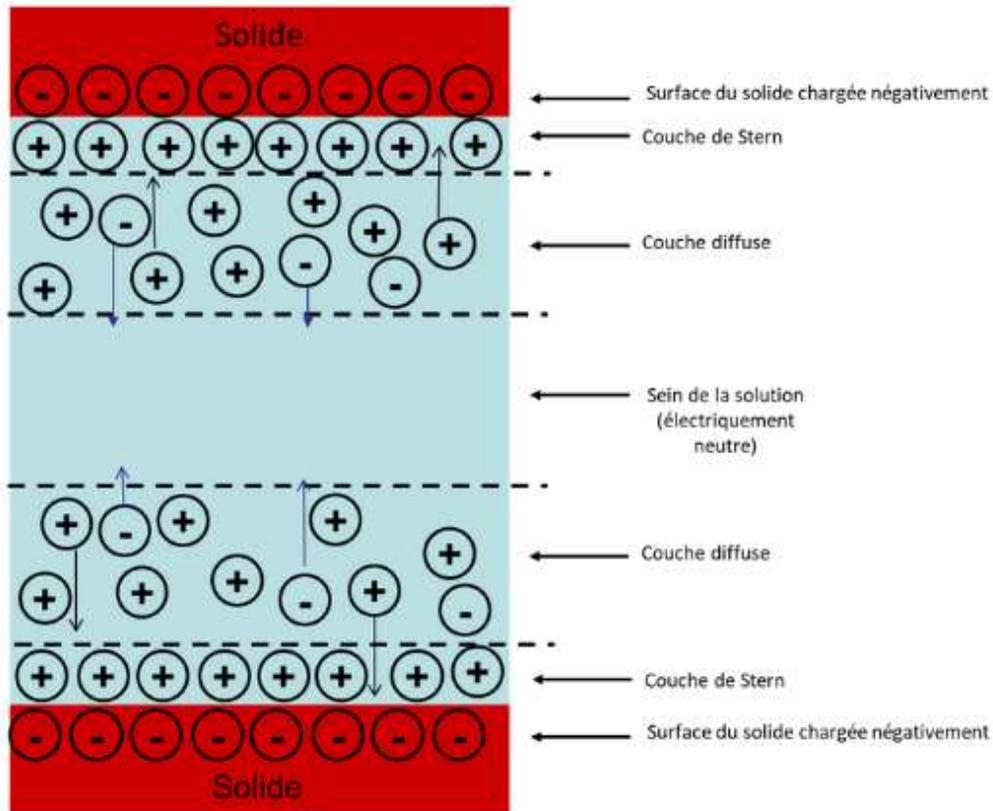


Figure  
La

Sous l'effet d'un champ électrique, les ions présents dans la couche diffuse sont attirés par les électrodes de polarité opposée entraînant avec eux, par effet visqueux, une partie de l'eau de la couche diffuse. Les contre-ions présents dans la couche compacte (couche de Stern) à proximité directe du solide restent, quant à eux, immobiles, car adsorbés à la surface du solide (Fievet and Szymczyk, 2002). Dans le cas des boues, les ions présents dans la double couche électronique sont majoritairement positifs (potentiel zéta négatif) et donc essentiellement attirés vers la

cathode où se situe le média filtrant. C'est ce phénomène qui est le principal responsable de l'électrodéshydratation des boues. Par ailleurs, il est important de noter que l'épaisseur de la couche diffuse (égale à la longueur de Debye) dépend de la force ionique de la solution. Dans

l',

$$\lambda_{Debye} = \frac{0,3}{\sqrt{C_{sel}}} \text{ (Équation 1.3)}$$

Avec  $\lambda_{Debye}$  la longueur de Debye (nm),  $C_{sel}$  la concentration en sel (mol.L<sup>-1</sup>). Pour une concentration en sel de 10<sup>-7</sup> mol.L<sup>-1</sup>, la longueur de Debye est donc à peu près égale à 1 μm.

Ainsi, plus la concentration en sel est grande, plus la conductivité électrique du liquide est élevée et plus l'épaisseur de la couche diffuse est petite (Fievet and Szymczyk, 2002) ce qui s'accompagne d'une réduction du phénomène d'électro-osmose.

Dans un pore, l'électro-osmose obéit au niveau microscopique, à l'équation de Helmholtz-Smoluchowski (Wei *et al.*, 2020) :

u

$$u_{eo} = \frac{D\zeta}{\mu\lambda_b} \times j \text{ (Équation 1.4)}$$

n

Avec

ε

e

ξ

ϕ

ε

u

t

R

ε

ε

### 1.5.1.3. Electromigration

L'électromigration correspond au déplacement des ions au sein de la solution vers l'électrode de charge opposée. Sous l'effet d'un champ électrique, les cations se dirigent vers la cathode, tandis

e

ξ

ε

que les anions se déplacent vers l'anode. Lors de cette migration les ions entraînent avec eux, par effet visqueux, les molécules d'eau de leur voisinage proche dans des directions opposées. Le flux des espèces ioniques dépend de leur mobilité ionique, il peut être décrit par  $J_i = u_i^* * c_i * \nabla(-E)$  (Équation 1.5 :

$$J_i = u_i^* * c_i * \nabla(-E) \text{ (Équation 1.5)}$$

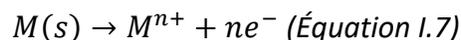
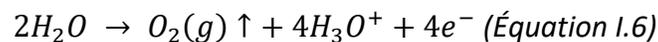
Avec  $J_i$  le flux molaire de l'espèce  $i$  ( $\text{mol.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ ),  $u_i^*$  la mobilité ionique effective de l'ion  $i$  ( $\text{m}^2.\text{V}^{-1}.\text{s}^{-1}$ ),  $c_i$  la concentration de l'espèce chimique  $i$  ( $\text{mol.m}^{-3}$ ) et  $E$  le gradient du potentiel électrique ( $\text{V.m}^{-1}$ ).

Si les mobilités des cations et des anions sont similaires, le flux d'eau au sein du liquide est nul étant donné que le sein de la phase liquide reste électriquement neutre (Fievet and Szymczyk, 2002).

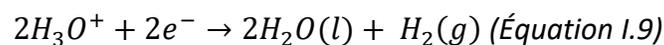
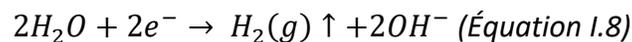
### 1.5.2. Réactions électrochimiques aux électrodes

Sous l'effet de l'application du champ électrique, des réactions électrochimiques se mettent en place au niveau des électrodes. Ainsi, l'anode et la cathode sont respectivement le lieu d'oxydation et de réduction. (Mahmoud *et al.*, 2010 ; Tuan *et al.*, 2012) :

- A l'anode :



- A la cathode :



Avec

Le déroulement de ces réactions est fortement impacté par la nature des matériaux constituant les électrodes (du fait de leur potentiel d'oxydoréduction) et des ions présents dans le milieu. En effet, à l'anode, les métaux dont le potentiel d'oxydoréduction est inférieur à celui de

l'électrolyse de l'eau  $2H_2O \rightarrow O_2(g) \uparrow + 4H_3O^+ + 4e^-$  (Équation 1.6) subissent une réduction d'oxydation préférentielle ( $M(s) \rightarrow M^{n+} + ne^-$  (Équation 1.7)). A la cathode, dans un milieu neutre ou alcalin, la réduction de l'eau ( $2H_2O + 2e^- \rightarrow H_2(g) \uparrow + 2OH^-$  (Équation 1.8)) prédomine, mais dans un milieu fortement acide, cette réduction est remplacée par une réduction différente ( $2H_3O^+ + 2e^- \rightarrow 2H_2O(l) + H_2(g)$  (Équation 1.9)).

Ces équations montrent également, que l'oxydation à l'anode libère des protons, ce qui tend à diminuer le pH. Ces derniers ont ensuite tendance à être transportés vers la cathode par électromigration et électroosmose. Sur le même principe, la réduction des molécules d'eau à la cathode produit des ions hydroxydes, ce qui tend à augmenter le pH. Le mouvement des ions  $H^+$  et  $OH^-$  au sein du gâteau entraîne l'apparition d'un gradient du pH entre la cathode et l'anode (Tuan et Sillanpää, 2010; Yoshida *et al.*, 1999). Ces évolutions du pH au sein du gâteau peuvent avoir une influence sur les propriétés physico-chimiques de la boue en modifiant notamment la charge de surface et le potentiel zéta. (Tuan et Sillanpää, 2010 ; Tuan *et al.*, 2008).

Par ailleurs, la production de gaz au niveau des électrodes ( $O_2$  à l'anode et  $H_2$  à la cathode) peut entraîner la diminution (voire la perte) du contact entre le gâteau de boue et les électrodes. Cela a pour conséquence d'augmenter la résistance électrique du système et donc de limiter l'efficacité du procédé. De plus, la présence de dihydrogène dans le système entraîne un risque potentiel d'explosion. Celui-ci peut être évité en mettant en place un système de ventilation (Larue and Vorobiev, 2004; Weber and Stahl, 2003).

Enfin, un problème récurrent lié à l'oxydation présente au niveau de l'anode est la corrosion de cette électrode ; corrosion qui entraîne une perte d'efficacité du procédé. Certains matériaux dits nobles peuvent être utilisés dans la conception des électrodes afin de remédier à ce problème de corrosion (Saveyn *et al.*, 2006; Yoshida, 1993; Yoshida *et al.*, 1999). Toutefois, ces matériaux sont généralement chers et leur utilisation à l'échelle industrielle reste souvent un frein d'un point de vue économique. Pour limiter ce problème de coût et garantir une durée de vie des anodes satisfaisante des électrodes en titanium recouvert d'un mélange d'oxydes métalliques sont couramment utilisées (Mahmoud *et al.*, 2010; Tuan *et al.*, 2012).

## I.6. Impact des paramètres opératoires sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

De nombreux travaux ont été menés en laboratoire sur les trente dernières années pour étudier les potentialités des procédés d'électrodéshydratation pour le traitement des boues résiduaire. La quasi-totalité de ces études montrent que ce procédé permet d'atteindre des siccités bien plus élevées que celles couramment obtenues avec les procédés de déshydratation mécaniques classiques (Mahmoud *et al.*, 2010). Ces bonnes performances dépendent cependant fortement des paramètres opératoires appliqués.

Parmi ces paramètres opératoires, il y a tout d'abord le champ électrique ; la manière dont il est appliqué et la durée de son application. Ainsi, les travaux publiés dans la littérature référencent de nombreux modes d'application du champ électrique comme par exemple : l'application d'un courant continu avec une intensité constante ou une tension constante ou encore un gradient de tension constant, l'application d'un courant alternatif, l'application d'un champ avec une inversion de la polarité aux électrodes. Dans le cas de l'électrodéshydratation appliquée aux boues résiduaire le mode d'application le plus étudié reste l'application d'un courant continu avec une tension constante imposée (mode U-EDW). Cependant certaines études montrent l'intérêt que peut avoir l'application d'un courant continu avec une intensité constante imposée (mode I-EDW) ou mieux un couplage des deux modes U-EDW et I-EDW (Citeau *et al.*, 2011; Citeau *et al.*, 2012b, Olivier *et al.*, 2015). A tension constante, une augmentation de la tension permet d'accroître la cinétique de déshydratation et d'atteindre des siccités finales plus élevées (Feng *et al.*, 2014; Gazbar *et al.*, 1994; Gingerich *et al.*, 1999; Mahmoud *et al.*, 2011; Saveyn *et al.*, 2006). En effet, l'intensité mesurée aux bornes des électrodes augmente avec la tension appliquée. Or, (Olivier *et al.*, 2015) ont montré que le débit de filtrat était fortement corrélé à la valeur de l'intensité mesurée. En contrepartie, comme la tension et l'intensité sont plus élevées, la consommation énergétique augmente (Larue *et al.*, 2006; Mahmoud *et al.*, 2011; Olivier *et al.*, 2014). Un pic de température, qui croît avec la tension appliquée, apparaît également quelques instants après l'application du champ électrique. De façon différente, en augmentant l'intensité appliquée, lors d'un fonctionnement en mode I-EDW, les cinétiques de déshydratation s'accroissent sans pour autant augmenter les siccités finales observées (Citeau, 2012; Citeau *et*

*al.*, 2012a, Conrardy, 2014; Olivier *et al.*, 2015). Cependant, avec ce mode fonctionnement, il est impératif que l'opérateur stoppe le procédé dès que la température atteint un niveau critique qui risquerait d'endommager les électrodes. En effet si l'intensité  $I$  est fixée, c'est la tension électrique dans le système qui augmente au cours de la déshydratation, en raison de l'accroissement de la résistance électrique du gâteau (induite par la perte en eau). Cette augmentation drastique de la résistance entraîne, du fait de l'effet Ohmique, une montée importante de la température. Au final le mode I-EDW s'avère intéressant en début de procédé car il permet de mieux contrôler l'opération (en évitant notamment les pics d'intensité et de température présents dans le fonctionnement U-EDW), par contre, il est risqué en fin de déshydratation. Par conséquent, l'idée proposée par (Citeau *et al.*, 2012b; Olivier *et al.*, 2015), de fonctionner à intensité imposée jusqu'à une tension seuil fixée (permettant de garantir une température acceptable dans le système) puis de basculer sur un fonctionnement à tension imposée (qui permet d'atteindre de fortes siccités finales sans risque de détériorations thermiques) semble tout à fait intéressante.

Un autre paramètre opératoire important est le degré de siccité de la boue qui va subir l'électrodéshydratation. Plusieurs études ont observé que pour des boues liquides, qui n'ont pas subi une étape de déshydratation mécanique préalable, l'application du champ électrique durant la phase de filtration ne présentait pas d'intérêt réel (Citeau, 2012; Citeau, *et al.*, 2012b; Mahmoud *et al.*, 2016, 2018; Tuan and Sillanpää, 2010). En effet tant que l'eau est facilement extraite par la seule action de la pression mécanique, l'application du champ électrique ne modifie pas vraiment la déshydratation (Lee *et al.*, 2002). Par contre, lorsque la boue est plus compactée il devient intéressant d'appliquer un champ électrique afin de mobiliser une partie de l'eau que la seule action de la pression n'arrive plus à faire circuler. Par conséquent, pour minimiser les coûts énergétiques il semble recommandé d'appliquer le champ électrique en phase de compression ou sur une boue préalablement déshydratée par voie mécanique.

La pression est un paramètre qui peut également avoir une influence sur les performances du procédé d'électrodéshydratation. En effet, quelques études montrent qu'une pression plus élevée permet d'atteindre des siccités finales plus élevées. Par exemple, (Gazbar *et al.*, 1994) et (Gingerich *et al.*, 1999) ont observé sur des boues urbaines (activées et digérées) qu'en

appliquant des pressions plus élevées, les siccités finales atteintes étaient plus élevées avec des essais réalisés entre 0,5 bar et 6 bar. De leur côté, (Lee *et al.*, 2002) ont augmenté la pression graduellement tout au long de la déshydratation (de 0,9 bar à 2,9 bar puis 3,9 bar) et ont observé au début une accélération de cinétique puis une stagnation entre 2,9 et 3,9 bar. Ils ont alors suggéré qu'il existe une pression limite à partir de laquelle les performances ne sont plus améliorées. (Mahmoud *et al.*, 2011, 2016), ont également observé une pression seuil. Ils ont notamment relevé une différence de performance entre 1 bar et 2 bar, mais pas de variations significatives au-delà de 2 bar (entre 2 bar et 12 bar). Selon eux, l'augmentation de la pression peut avoir une légère influence mais celle-ci reste minime face à l'impact du champ électrique appliqué. Cependant, même si l'augmentation de la pression impacte peu les performances de l'électrodéshydratation, l'application d'une pression minimum reste primordiale pour assurer un bon contact électrique entre la boue et les électrodes (Citeau, 2012, Citeau *et al.*, 2012a). Par ailleurs, comme indiqué plus haut, les boues étant compressibles, l'application d'une pression suffisante permet de réduire la taille des pores et donc augmenter le volume de la couche diffuse (responsable du phénomène d'électro-osmose) par rapport au sein de la solution qui n'engendrent pas de mouvement d'eau. Ce sont sûrement les raisons qui expliquent en partie les résultats de (Mahmoud *et al.*, 2011) selon lesquels les performances de l'électrodéshydratation dépendent de la pression appliquée jusqu'à des valeurs de 1 à 2 bars puis n'en dépendent plus lorsque la pression dépasse ces valeurs (classiquement entre 2 et 10 bars).

La quantité de boue introduite dans le système est également un paramètre à prendre en considération. Les études menées par (Olivier *et al.*, 2011, 2014; Tuan et Sillanpää, 2010) sur le processus d'EDW en mode U-EDW ont montré que la cinétique de déshydratation ainsi que la siccité finale atteinte peuvent être améliorées en réduisant la quantité de boue introduite dans la cellule. En effet, la résistance électrique des boues dépend de l'épaisseur des gâteaux

( $R_{boue} = \frac{L}{\lambda_b \times A}$  (Équation I.11) :

$$R_{boue} = \frac{L}{\lambda_b \times A} \text{ (Équation I.11)}$$

Avec  $R_{boue}$  la résistance de la boue ( $\Omega$ ) ;  $L$  l'épaisseur de la boue (cm) ;  $\lambda_b$  la conductivité de la boue (mS/cm) ; et  $A$  la section de la cellule (cm<sup>2</sup>).

En diminuant la quantité de boues, la résistance électrique du gâteau diminue, et le pic d'intensité mesuré en fonctionnement à tension constante est plus élevé. Comme, après ce pic, le débit de filtrat dépend de l'intensité mesurée (Olivier *et al.*, 2015), la cinétique de déshydratation est accélérée.

## 1.7. Impact des propriétés physico-chimiques des boues sur l'électrodéshydratation

### 1.7.1. Charge de surface et potentiel zéta

La charge de surface est également un facteur clé dans les interactions entre les particules de suspensions de boues, ce qui influence d'avantage les phénomènes d'agrégation, la distribution des particules et les performances liées à la séparation liquide-solide (Wu *et al.*, 2020). Par ailleurs, le potentiel zéta est fortement lié à la charge de surface (modèle de la double couche)

et d'après  $u_{eo} = \frac{D\zeta}{\mu\lambda_b} \times j$  (Équation 1.4, une augmentation du potentiel zéta est favorable à l'électrodéshydratation.

### 1.7.2. pH

De nombreuses études montrent que le pH a une grande influence sur l'électro-déshydratabilité des suspensions de boues. Les travaux de recherche menés par (Cao *et al.*, 2021; Tuan *et al.*, 2012) ainsi que les conclusions de (Zhang *et al.*, 2016) montrent que la déshydratation des boues est améliorée dans des conditions plutôt acides, avec un pH compris entre 2 et 6. Ceci est notamment dû à la réduction du potentiel zéta avec la diminution du pH (Figure 1.8) (Citeau *et al.*, 2011; Weng *et al.*, 2013; Xu *et al.*, 2016). En effet, les particules solides chargées négativement attirent les ions H<sup>+</sup> qui, en quantité suffisante à pH acide, vont tendre à annuler le potentiel zéta des boues biologiques et donc le flux d'électroosmose (selon  $u_{eo} = \frac{D\zeta}{\mu\lambda_b} \times j$  (Équation 1.4). A pH très acide, le potentiel zéta peut même s'inverser et devenir positif, inversant aussi le sens du flux d'électro-osmose (de la cathode vers l'anode). Par contre, la diminution de la valeur absolue du potentiel zéta facilite la floculation des particules solides (il y a moins de

charges négatives à leur surface, ce qui tend à réduire les forces de répulsion) modifiant ainsi les propriétés de déshydratabilité.

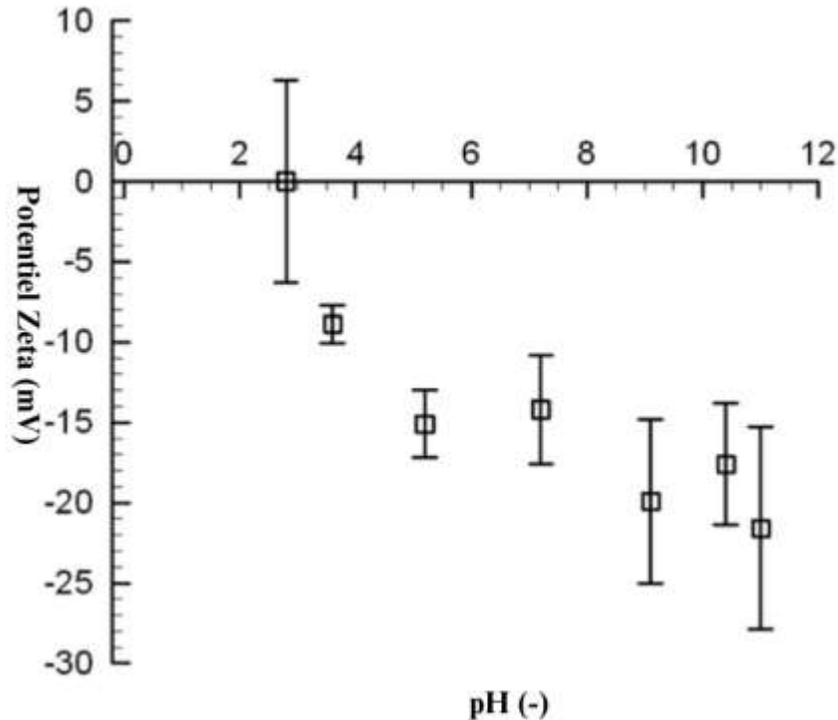


Figure 1.8. Evolution du potentiel zéta des boues avec le pH (Citeau et al., 2011)

A l'inverse, dans des conditions alcalines, (Cao et al., 2021; Tuan et al., 2012) observent que la dissolution des EPS est plus importante, ce qui conduit au colmatage des toiles filtrantes par les débris d'EPS, et tend à diminuer fortement la déshydratation. Un optimum de pH est donc à rechercher. Par exemple, (Citeau et al., 2011) ont observé une meilleure déshydratation en abaissant le pH initial à 5,3 par ajout d' $H_2SO_4$ . D'autres études, dont celles menées par (Cao et al., 2018; Citeau et al., 2011; Navab-Daneshmand et al., 2015) ont montré que la diminution modérée du pH initial des boues permettait d'atteindre des taux de déshydratation plus élevés après des essais d'EDW. D'autre part, les boues ayant un pH initial élevé forment des gâteaux avec une porosité plus réduite par rapport aux boues plus acides, ce qui est préjudiciable à leur électrodéshydratation (Cao et al., 2021).

### 1.7.3. Conductivité électrique

La conductivité électrique est un paramètre important à prendre en compte lors de l'électrodéshydratation des boues résiduaires, elle reflète en partie la concentration d'ions dans le milieu et impacte l'épaisseur de la couche diffuse, elle semble, donc, intuitivement devoir jouer un rôle clé dans le procédé d'EDW. Ainsi, l'augmentation de la conductivité électrique est associée à une diminution du potentiel zéta (Weber et Stahl, 2003; Wei *et al.*, 2020) et d'après

$u_{eo} = \frac{D\zeta}{\mu\lambda_b} \times j$  (Équation 1.4, l'augmentation de la conductivité électrique réduirait donc la

cinétique d'électro-osmose. Toutefois, les résultats rapportés dans la littérature sont contradictoires, comme indiqué dans le Tableau I-1 ci-dessous qui résume les différents résultats sur la modification de la conductivité et son effet sur le taux de déshydratation.

Tableau I-1. Tableau résumant les résultats de la littérature par rapport à l'impact de la conductivité sur la déshydratation pendant le procédé d'EDW

Auteurs	Méthode de modification de la conductivité	Conductivité étudiée (mS/cm)	Méthode d'application du courant électrique	Évolution du taux de déshydratation avec l'augmentation de la conductivité
(Citeau <i>et al.</i> , 2011)	Lavage des boues ou ajout de Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,3 ; 3,9 (boue brute) ; 5,9 ; 9,5	I constante	*Diminution pour un temps identique de déshydratation ; *Augmentation pour le temps maximum de déshydratation
(Li <i>et al.</i> , 2021b)	Lavage des boues et ajout de K <sup>+</sup> , Al <sup>2+</sup> ou Fe <sup>3+</sup>	0,136 ; 1,856	U constante	Diminution avec la valence croissante du cation
(Xiao <i>et al.</i> , 2017)	Ajout de Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Non indiqué	U constante	Maximum observé avec 1,25% <sub>MS</sub> de sel ajouté
(Cao <i>et al.</i> , 2018)	Ajout de NaCl	Non indiqué	U Constante	Maximum observé
(Sun <i>et al.</i> , 2017)	Ajout de NaCl	1,145 (boue brute) ; 1,472 ; 1,837, 2,251 ; 2,746	U constante	Augmentation
	Lavage	0,439 ; 0,664 ; 0,937 ; 1,210 (boue brute)	U constante	Très légère augmentation (Presque constant)
(Li <i>et al.</i> , 2020)	Digestion anaérobie des boues	De 1,95 mS/cm (boue brute) à 4,5 mS/Cm	U constante	Augmentation

En résumé, les différentes études montrent que la modification de la conductivité peut avoir un effet sur le taux de déshydratation des boues. Certaines méthodes de modification entraînent une diminution du taux de déshydratation, tandis que d'autres entraînent son augmentation. Les

résultats restent variables en fonction des substances utilisées pour modifier la conductivité, la nature de la boue, ainsi que les conditions expérimentales.

### I.7.4. Hydrophobicité

L'hydrophobicité caractérise le degré d'affinité qu'ont les particules de boues avec l'eau. Plus la boue est hydrophobe, moins son affinité pour les molécules d'eau est forte et plus sa déshydratation devrait en théorie être aisée. Peu d'études ont analysé l'impact de ce paramètre dans le cadre du procédé d'EDW. De plus les méthodes de mesures du caractère hydrophobe/hydrophile n'étant pas toutes réalisées avec les mêmes techniques, il est assez difficile de comparer les résultats obtenus par les différentes études. Selon (Li *et al.*, 2020) le caractère hydrophobe est plutôt induit par des structures aromatiques, alors que le caractère hydrophile (bonne affinité pour les molécules d'eau) serait davantage lié à la présence de structures non-aromatiques. Le caractère hydrophile des boues serait également fortement lié à la concentration en EPS et à leur composition. En effet, plus la teneur en protéines (PN) et polysaccharides (PS) dans les EPS est élevée, plus la boue serait hydrophile (Bai *et al.*, 2019 ; Qian *et al.*, 2016). La section I.7.5 de ce chapitre abordera plus en détail la relation entre la présence des EPS et leur impact sur le caractère hydrophobe de la boue. Des études approfondies ont montré que la structure des EPS joue un rôle crucial dans leur caractère hydrophobe (Sha *et al.*, 2020). Les résultats de l'étude indiquent que les EPS avec une structure de PN plus lâche (c'est-à-dire contenant peu de structures organisées (hélice ou feuillet) dans sa configuration tridimensionnelle), ont un caractère hydrophobe plus prononcé. Par ailleurs, d'autres recherches (Li *et al.*, 2021a) ont montré que la composition en différents acides aminés dans les EPS peut également avoir un impact significatif sur le caractère hydrophobe de la boue. L'étude a identifié 15 acides aminés hydrophiles et 15 hydrophobes, avec l'alanine (Ala) considérée comme l'acide aminé principalement responsable du caractère hydrophobe, et la lysine (Lys) celui du caractère hydrophile. Les auteurs ont également conclu que le rapport Ala/Lys est un bon indicateur de l'hydrophobicité de la boue. Lors de leurs essais d'EDW, ils ont observé que le rapport Ala/Lys avait augmenté dans toutes les catégories d'EPS (solubles, fortement liés et faiblement liés), augmentant ainsi le caractère hydrophobe de la boue.

### 1.7.5. Polymères exocellulaires (EPS)

Les polymères exocellulaires (EPS) sont des produits métaboliques qui s'accumulent à la surface des cellules bactériennes (Tuan *et al.*, 2012), ils sont présents à la fois à l'extérieur et à l'intérieur des agrégats microbiens (Cao *et al.*, 2018). Les EPS représentent une fraction non négligeable de la composition des boues. En effet, les EPS (et l'eau lié qu'ils retiennent) peuvent représenter jusqu'à 80% de la masse totale d'une boue activée, et leur présence peut avoir un impact sur l'aptitude à la déshydratation (Bai *et al.*, 2019; Cao *et al.*, 2018; Sha *et al.*, 2020). L'abréviation « EPS » issue du terme anglais « Extracellular Polymeric Substances » désigne ces substances dans leur globalité avec l'ensemble de leur composition.

#### Origine des EPS

Les EPS sont des biopolymères produits par les microorganismes présents dans les boues, ils peuvent résulter de la sécrétion de composés métaboliques cellulaires suite à la lyse des cellules microbiennes, ou de l'adsorption de composés apportés par les eaux usées (cellulose, acides humiques, etc.) (Wingender *et al.*, 1999). Selon (Liu and Fang, 2003), la principale fonction des EPS est de former une couche protectrice pour que les cellules puissent survivre à de potentielles conditions extrêmes (toxicité, changements de pH, etc.), mais aussi adsorber les nutriments et aider les cellules à former des floccs. Les EPS servent également de réserve de carbone et d'énergie en cas de milieu défavorable aux cellules.

#### Stratification des EPS

Les EPS peuvent être classés en deux grandes catégories : les EPS liés qui sont attachés aux cellules, et les EPS solubles qui sont faiblement liés aux cellules ou dissous dans la phase liquide (Sheng *et al.*, 2010). Pour les séparer, on peut utiliser la centrifugation, qui permet de récupérer les EPS solubles dans le surnageant et les EPS liés qui forment des agrégats dans le culot de centrifugation. Comme les floccs dans les boues se stratifient, différentes couches d'EPS sont identifiées dans la littérature. Les EPS fortement liés (TB-EPS), qui sont profondément associés à la surface des cellules, ce qui signifie qu'ils sont directement attachés aux cellules elles-mêmes; et les EPS faiblement liés (LB-EPS), qui se trouvent dans la couche externe des floccs et ne sont pas directement attachés à la paroi des cellules, mais qui sont plutôt attachés aux TB-EPS; ainsi

que les EPS solubles (S-EPS) qui se présentent sous forme dissoute dans la phase liquide de la boue (Li *et al.*, 2018; Qian *et al.*, 2016; Sha *et al.*, 2020; Zhang *et al.*, 2021). En général, la présence des LB-EPS est moins impactante que celle des TB-EPS sur la déshydratation.

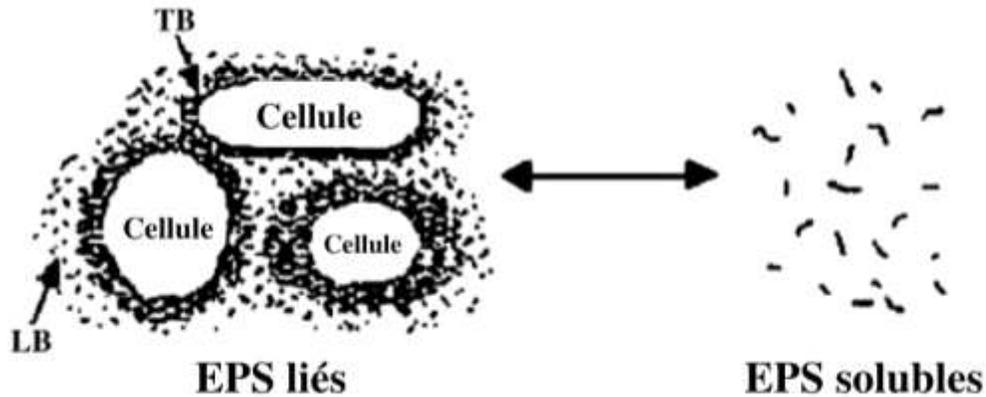


Figure I.9. Représentation des formes d'EPS (adapté de (Wingender *et al.*, 1999)

De nombreuses études montrent un lien étroit entre la stratification des EPS et l'aptitude à la déshydratation de la boue (Cao *et al.*, 2018; Li et Yang, 2007; Liu et Fang, 2003; Sheng *et al.*, 2010; Yu *et al.*, 2008).

#### Impact de la composition des EPS sur la déshydratation

Les EPS sont principalement composés de différentes familles biochimiques de substances organiques, telles que les protéines (PN), les polysaccharides (PS), les acides humiques (AH), les acides nucléiques, les phospholipides et les acides uroniques (Frølund *et al.*, 1996). Toutefois, les protéines et les polysaccharides sont considérés comme les principaux composants des EPS (Bai *et al.*, 2019 ; Cao *et al.*, 2018 ; Li *et al.*, 2020 ; Qian *et al.*, 2016). Les groupes fonctionnels de ces différentes molécules affectent la structure chimique à la surface de la boue. Plusieurs études (Bai *et al.*, 2019; Qian *et al.*, 2016; Sha *et al.*, 2020) ont identifié que la présence de protéines et de polysaccharides dans les EPS augmente le caractère hydrophile de la boue, ce qui peut augmenter la proportion d'eau liée dans les EPS et donc dans la boue, induisant ainsi une moins bonne capacité à la déshydratation. D'après (Bai *et al.*, 2019), les PS sont prédominants dans la composition des boues activées et ont un plus fort impact sur la déshydratation que les PN. Ces auteurs expliquent ce comportement par le fait que l'eau est liée par des ponts hydrogène avec

les groupements hydroxyles très présents dans les PS. En revanche, (Li *et al.*, 2018 ; Sha *et al.*, 2020) présentent une forte corrélation entre les protéines contenues dans les EPS et la quantité d'eau extraite après EDW. Il semblerait qu'un critère important pour évaluer la capacité d'électrodéshydratation des boues soit le rapport PN/PS ; plus ce rapport est grand, moins la boue présentera une bonne filtrabilité (Bai *et al.*, 2019; Sha *et al.*, 2020). L'augmentation du rapport PN/PS est susceptible d'inhiber la fixation de bactéries en biofilms, d'améliorer la libération des EPS dans le filtrat. Comme les protéines sont plus solubles dans l'eau, une augmentation du rapport PN/PS et donc l'augmentation des PN peut entraîner une plus grande solubilité favorisant la libération des EPS dans le filtrat, ce qui entrave la filtrabilité des boues (Yu *et al.*, 2008).

### Impact de la structure des EPS sur la déshydratation

L'analyse des EPS a été poussée plus loin par certaines études afin de définir plus précisément leur structure dans le but de mieux comprendre l'influence des EPS sur la déshydratation des boues. En effet, les types de molécules repérés restent globalement toujours les mêmes. (Li *et al.*, 2018) ont identifié la tyrosine, des structures proches de tryptophane et d'autres protéines aromatiques. (Lv *et al.*, 2018) séparent ces protéines aromatiques en protéines aromatiques de type I et de type II. Selon ces auteurs, les protéines de type I jouent un rôle dans la cohésion de la structure des biofilms en favorisant l'adhésion des microorganismes aux surfaces et en renforçant la matrice extracellulaire. Les protéines aromatiques de type II sont principalement impliquées dans le transport des électrons et la réduction de métaux. (Sha *et al.*, 2020) identifient en plus de ce qui a été cité précédemment des acides humiques, des acides fulviques. Des études menées par (Zhang *et al.*, 2020, 2021) complètent la structure des EPS en mesurant en plus des résidus microbiens solubles. D'autres études ont complété l'analyse de la structure des EPS en décrivant les groupes fonctionnels des protéines. Les travaux de (Sha *et al.*, 2020) identifient plusieurs configurations spatiales, notamment en forme de pelotes (pelotes aléatoires), en forme hélicoïdale (hélices  $\alpha$ ) ou en forme de feuillets (feuillets  $\beta$ ) (Figure I.10). Ils montrent par ailleurs, que pour des boues activées déshydratées mécaniquement, les pelotes aléatoires des PN et les hélices  $\alpha$  sont les deux structures les plus abondantes. Ils calculent également le rapport « hélice-

$\alpha$ /(feuillet- $\beta$ +pelote aléatoire) » et observent qu'un rapport faible indique une structure plus lâche des PN.

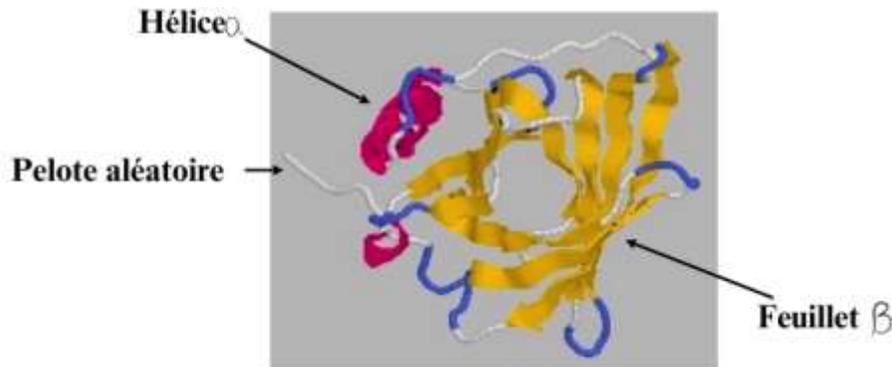


Figure 1.10. Structure secondaire de protéine dans les EPS

### 1.8. Impact du procédé d'électrodéshydratation sur l'hygiénisation des boues

Quelques études ont tenté d'évaluer l'impact de l'application d'un champ électrique lors de la déshydratation sur l'activité des microorganismes présents dans les boues biologiques. L'idée principale de cette démarche étant d'essayer d'évaluer les potentialités d'une hygiénisation (au moins partielle) des boues biologiques lors de leur électrodéshydratation.

Les études se sont principalement focalisées sur l'inactivation des coliformes totaux et fécaux (Esmaily *et al.*, 2006; Huang *et al.*, 2008; Navab Daneshmand *et al.*, 2012), des salmonelles (Huang *et al.*, 2008; McKay *et al.*, 2007), d'*E. Coli* (McKay *et al.*, 2007; Navab Daneshmand *et al.*, 2012; Rumky *et al.*, 2020) et certains virus (McKay *et al.*, 2007). Les tests ont essentiellement été réalisés avec une tension fixée constante (U-EDW) dont la valeur varie assez peu d'une étude à l'autre (15 à 25 V pour (Rumky *et al.*, 2020), 10 à 30 V pour (Zhang *et al.*, 2020), 50 V pour (Feng *et al.*, 2014) et (McKay *et al.*, 2007)) ou à gradient de tension constant, 0,5 V/cm à 1,5 V/cm pour (Esmaily *et al.*, 2006) et en dessous de 5 V/cm pour (Huang *et al.*, 2008).

En revanche différentes méthodes ont été utilisées pour mesurer l'état d'activation des microorganismes. (Li *et al.*, 2021a) se sont basés sur des essais « Live and Dead » (mesure du ratio entre les organismes vivants et morts). (Sha *et al.*, 2019) ont mesuré le taux d'assimilation en oxygène (Specific Oxygen Uptake Rate, SOUR) pour quantifier l'activité microbienne. (Rumky *et al.*, 2020) ont complété cette mesure en distinguant un SOUR endogène et un SOUR exogène.

Quant aux travaux étudiant les familles de bactéries, elles utilisent une méthode d'énumération par filtration membranaire, méthode qui consiste à estimer par décompte de colonies développées après incubation de l'échantillon filtré, la concentration de microorganismes dans un échantillon liquide (Huang *et al.*, 2008; Rumky *et al.*, 2020), ou par la méthode du nombre le plus probable (Most Probable Number MPN), méthode qui est basée sur des principes statistiques et permet d'estimer la concentration de microorganismes non pas en les quantifiant ou les comptant mais en évaluant la présence ou l'absence de croissance microbienne (Navab Daneshmand *et al.*, 2012).

Sachant que toutes ces techniques ne mesurent pas exactement la même chose il semble logique que les résultats obtenus par les différentes équipes de recherche puissent diverger. Ainsi, (Li *et al.*, 2021a) observent dans leur étude une forte réduction du ratio microorganismes vivants/morts. De leur côté (Sha *et al.*, 2019) observent une diminution du SOUR en appliquant des gradients de champ électrique assez élevés (40 à 60 V/cm). Ils en déduisent que la présence de ce champ électrique induit une réduction de l'activité microbienne et un relargage de matières organiques. Ils expliquent cela par un phénomène de lyse cellulaire. Le champ électrique induirait un potentiel transmembranaire lié à la présence de charges opposées de part et d'autre de la membrane. La compression de la membrane due à l'attraction des charges opposées entraînerait une électroporation irréversible et une destruction des cellules. Ce phénomène serait accéléré par l'augmentation de la température (résultant de l'effet Joule). De façon un peu différente, (Rumky *et al.*, 2020) observent que le SOUR endogène augmente après l'EDW et ils attribuent cela à l'augmentation de substrat endogène due à la lyse cellulaire qui conduit au relargage de composés carbonés. Cette lyse microbienne réduit cependant la quantité de biomasse active ce qui explique la diminution du SOUR exogène qu'ils observent par ailleurs. Cet effet d'inactivation observé au niveau de la biomasse totale semble également avéré au niveau des éléments pathogènes. (Rumky *et al.*, 2020) mentionnent une réduction de la concentration d'*E.Coli* avec des tensions appliquées comprises 15 et 25 V, (Navab Daneshmand *et al.*, 2012) observent une réduction de la concentration d'*E.Coli* et de coliformes fécaux avec des tensions appliquées comprises entre 30 à 45 V, et (McKay *et al.*, 2007) observent que l'application d'une tension de 50 V permet de diminuer à la fois les communautés microbiennes pathogènes de type *E.Coli* et

Salmonelles mais également la quantité de virus (entérovirus et coliphages). D'autre part, (Esmaily *et al.*, 2006) ont observé une réduction de coliformes fécaux sur une boue de culture fixée en biofilm, en appliquant des gradients de potentiel très faibles (0,5 à 1,5 V/cm). Il reste cependant difficile de comparer tous ces résultats entre eux du fait des différentes conditions opératoires appliquées. Dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** sont résumées les principales études avec les principaux résultats obtenus en terme d'impact d'EDW sur les microorganismes.

Tableau I-2. Principales études de l'impact de l'électrodéshydratation sur l'hygiénisation des boues

Auteurs	Type de boue	Mode d'application du champs électrique	Méthode de mesure microbiologique
(Esmaeily <i>et al.</i> , 2006)	Boue biologique issue de traitement par cultures fixées	Gradient de tension : 0,5 ; 1 et 1,5 V/cm	Coliformes fécaux par test de présence-absence
(McKay <i>et al.</i> , 2007)	Boue activée	50 V	<i>E.Coli</i> , Salmonelles et virus par méthode du nombre le plus probable (MPN)
(Huang <i>et al.</i> , 2008)	Boue primaire, boue secondaire et boue digérée	Gradient de tension : moins de 5 V/cm	Coliformes fécaux et Salmonelles par unité formant colonie (UFC)
(Navab Daneshmand <i>et al.</i> , 2012)	Boue activée	N.A	Coliformes totaux, <i>E.Coli</i> et endospores aérobies par méthode du nombre le plus probable (MPN)
(Rumky <i>et al.</i> , 2020)	Boue activée et digérée	Tension : 5, 15 et 25 V	<i>E.Coli</i> par filtration membranaire, taux d'assimilation d'oxygène spécifique (SOUR)
(Li <i>et al.</i> , 2021a)	Boue activée	20 V	Live and Dead

Toutes ces études semblent aussi s'accorder sur le fait que le phénomène d'inactivation tend à s'accroître quand la tension appliquée augmente. Ce comportement serait dû en partie à une augmentation de la température (induite par effet Joule) à des valeurs entraînant l'inactivation

des microorganismes. Cet impact de l'élévation de température par effet Joule est également rapporté par (Navab Daneshmand *et al.*, 2012) qui considèrent que c'est le facteur principal de l'inactivation d'*E.Coli* et des coliformes totaux lors de l'électrodéshydratation des boues. Ils montrent qu'une température supérieure à 60°C est nécessaire pour réduire ces souches pathogènes (l'impact des réactions électrochimiques sur la production d'oxydants, et le gradient de pH seraient des facteurs secondaires sur ce phénomène d'inactivation). En revanche, à faible tension, les phénomènes ohmiques sont limités et l'inactivation de la biomasse n'est pas observée (pour des tensions inférieures à 5 V dans le cas de l'étude de (Rumky *et al.*, 2020)). (Sha *et al.*, 2019) indiquent même qu'à faible gradient de potentiel, l'EDW aurait un effet stimulant pour l'activité microbienne avec une augmentation du SOUR.

Au final il semblerait d'après la littérature que le procédé d'électrodéshydratation puisse permettre une hygiénisation partielle des boues biologiques. L'objectif serait d'arriver à obtenir après traitement des teneurs en pathogènes inférieures aux valeurs limites réglementaires, ceci dans le but de pouvoir utiliser ces boues comme amendement agricole sans traitement complémentaire. Selon les travaux de recherche, les conclusions divergent. Par exemple, (McKay *et al.*, 2007) observent qu'après EDW, les concentrations d'*E.Coli*, de *Salmonelle* et de plusieurs virus sont en dessous des limites de détection. Les conclusions des études menées par (Navab Daneshmand *et al.*, 2012; Navab-Daneshmand *et al.*, 2014) vont dans le même sens en indiquant que les boues après EDW présentent des quantités de coliformes totaux suffisamment faibles pour qu'elles puissent être classées comme « class A biosolids » selon les réglementations en vigueur aux états unis (US EPA, 2003). Cette classe permet l'utilisation comme produit fertilisant pour usage agricole ou une utilisation en maraichage. Ces travaux (Navab-Daneshmand *et al.*, 2014) ont également montré qu'il n'y avait pas de reprise d'activité des coliformes sur une période de 7 jours de stockage aérobie pour les boues traitées par EDW. Par conséquent, ils en concluent que l'EDW est un bon moyen d'hygiénisation des boues, mais également une méthode de stabilisation car le procédé permet également de réduire la production d'odeurs suite à la diminution du pH. En effet, les réactions anaérobies, principalement à l'origine de la production de composés organiques sulfurés, sont généralement inhibées à faible pH. Ces composés sulfurés sont souvent malodorants et leur réduction permet de réduire les mauvaises odeurs. La capacité

d'hygiénisation du procédé d'électrodéshydratation est également rapportée par l'étude de (Huang *et al.*, 2008) sur différents types de boues (boues primaires, secondaires, mixtes et digérées). Ils notent une réduction importante de quantités de *Salmonelles* après EDW (réduction de 11 unités logarithmiques sur des boues digérées), en plus de l'élimination quasi-totale des coliformes fécaux. Cela leur a permis, selon la norme (US EPA, 2003), d'avoir une qualité de boue de classe A après EDW. Leur système d'EDW est cependant peu classique et utilise des gradients de tension faibles pendant une durée de temps longue allant jusqu'à 9 jours. A l'inverse de ces conclusions favorables, (Rumky *et al.*, 2020) n'ont pas obtenu des boues de classe A après EDW car le taux d'assimilation en oxygène (SOUR), même s'il a baissé, restait plus élevé que la norme (1 mg<sub>O2</sub>/g<sub>MS</sub>/h est la limite maximale pour considérer une boue de classe A aux Etats-Unis). De ce fait, ils concluent que le procédé d'EDW est un bon moyen d'aider à stabiliser les boues mais cela n'est pas suffisant pour atteindre une qualité de boue complètement hygiénisée.

## Références bibliographiques

- AMORCE. (2019). *Enquête sur la valorisation des boues d'épuration*. <https://amorce.asso.fr/publications>, consulté le 15 août 2022
- Appels, L., Baeyens, J., Degreève, J., Dewil, R. (2008). Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. *Progress in Energy and Combustion Science*, 34(6), 755–781. <https://doi.org/10.1016/j.pecs.2008.06.002>
- Bai, H., Zhu, R., An, H., Zhou, G., Huang, H., Ren, H., Zhang, Y. (2019). Influence of wastewater sludge properties on the performance of electro-osmosis dewatering. *Environmental Technology*, 40(21), 2853–2863. <https://doi.org/10.1080/09593330.2018.1455744>
- Cao, B., Zhang, T., Zhang, W., Wang, D. (2021). Enhanced technology based for sewage sludge deep dewatering: A critical review. *Water Research*, 189, 116650. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2020.116650>
- Cao, B., Zhang, W., Du, Y., Wang, R., Usher, S. P., Scales, P. J., Wang, D. (2018). Compartmentalization of extracellular polymeric substances (EPS) solubilization and cake microstructure in relation to wastewater sludge dewatering behavior assisted by horizontal electric field: Effect of operating conditions. *Water Research*, 130, 363–375. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.11.060>
- Citeau, M. (2012). *Combinaison innovante de traitements électriques et physico-chimiques pour améliorer la déshydratation mécanique de suspensions et boues d'origines industrielles et urbaines*. Thèse de doctorat de l'Université de Technologie Compiègne., France.
- Citeau, M., Larue, O., Vorobiev, E. (2011). Influence of salt, pH and polyelectrolyte on the pressure electro-dewatering of sewage sludge. *Water Research*, 45(6), 2167–2180. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.01.001>
- Citeau, M., Larue, O., Vorobiev, E. (2012a). Influence of Filter Cell Configuration and Process Parameters on the Electro-Osmotic Dewatering of Sewage Sludge. *Separation Science and Technology*, 47(1), 11–21. <https://doi.org/10.1080/01496395.2011.616567>

- Citeau, M., Olivier, J., Mahmoud, A., Vaxelaire, J., Larue, O., Vorobiev, E. (2012b). Pressurised electro-osmotic dewatering of activated and anaerobically digested sludges: Electrical variables analysis. *Water Research*, 46(14), 4405–4416  
. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2012.05.053>
- Conrardy, J.-B. (2014). *Contribution à l'étude de l'électro-compression des boues résiduaires urbaines*. Thèse de doctorat de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, France.
- Conrardy, J.-B., Vaxelaire, J., Olivier, J. (2016). Electro-dewatering of activated sludge: Electrical resistance analysis. *Water Research*, 100, 194–200.  
<https://doi.org/10.1016/j.watres.2016.05.033>
- Esmaeily, A., Elektorowicz, M., Habibi, S., Oleszkiewicz, J. (2006). Dewatering and coliform inactivation in biosolids using electrokinetic phenomena. *Journal of Environmental Engineering and Science*, 5(3), 197–202. <https://doi.org/10.1139/s05-039>
- Eurostat. (2020). *Statistics | Eurostat*.  
[https://ec.europa.eu/eurostat/databrowser/view/env\\_ww\\_spd/default/map?lang=fr](https://ec.europa.eu/eurostat/databrowser/view/env_ww_spd/default/map?lang=fr),  
consulté le 20 septembre 2022
- Feng, J., Wang, Y.-L., Ji, X.-Y. (2014). Dynamic changes in the characteristics and components of activated sludge and filtrate during the pressurized electro-osmotic dewatering process. *Separation and Purification Technology*, 134, 1–11.  
<https://doi.org/10.1016/j.seppur.2014.07.019>
- Fievet, P., Szymczyk, A. (2002). Caractérisation des propriétés électriques des parois de pores d'une membrane. *Comptes Rendus Chimie*, 5(6–7), 493–505.  
[https://doi.org/10.1016/S1631-0748\(02\)01413-3](https://doi.org/10.1016/S1631-0748(02)01413-3)
- Frølund, B., Palmgren, R., Keiding, K., Nielsen, P. H. (1996). Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin. *Water Research*, 30(8), 1749–1758  
[https://doi.org/10.1016/0043-1354\(95\)00323-1](https://doi.org/10.1016/0043-1354(95)00323-1)
- Gazbar, S., Abadie, F., Colin, F. (1994). Combined action of electro-osmotic drainage and mechanical compression on sludge dewatering. *Water Science and Technology*, 30(8), 169–175.

- Gingerich, I., Neufeld, R. D., Thomas, T. A. (1999). Electroosmotically Enhanced Sludge Pressure Filtration. *Water Environment Research*, 71(3), 267–276. <https://doi.org/10.2175/106143098X121923>
- Huang, J., Elektorowicz, M., Oleszkiewicz, J. A. (2008). Dewatering and disinfection of aerobic and anaerobic sludge using an electrokinetic (EK) system. *Water Science and Technology*, 57(2), 231–236. <https://doi.org/10.2166/wst.2008.009>
- Larue, O., Vorobiev, E. (2004). Sedimentation and water electrolysis effects in electrofiltration of kaolin suspension. *AIChE Journal*, 50(12), 3120–3133. <https://doi.org/10.1002/aic.10227>
- Larue, O., Wakeman, R. J., Tarleton, E. S., Vorobiev, E. (2006). Pressure electroosmotic dewatering with continuous removal of electrolysis products. *Chemical Engineering Science*, 61(14), 4732–4740. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2006.02.006>
- Lee, J.-K., Shin, H.-S., Park, C.-J., Lee, C.-G., Lee, J.-E., Kim, Y.-W. (2002). Performance evaluation of electro-dewatering system for sewage sludges. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 19(1), 41–45. <https://doi.org/10.1007/BF02706872>
- Li, E., Wang, Y., Zhang, D., Fan, X., Han, Z., Yu, F. (2021a). Siderite/PMS conditioning-pressurized vertical electro-osmotic dewatering process for activated sludge volume reduction: Evolution of protein secondary structure and typical amino acid in EPS. *Water Research*, 201, 117352. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2021.117352>
- Li, H., Wang, Y., Zheng, H. (2018). Variations of moisture and organics in activated sludge during Fe<sub>0</sub>/S<sub>2</sub>O<sub>8</sub><sup>2-</sup> conditioning–horizontal electro-dewatering process. *Water Research*, 129, 83–93. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.11.006>
- Li, Y., Liu, Y., Yu, X., Li, Q., Zhang, R., Zhang, S. (2020). Enhancement of sludge electro-dewaterability during biological conditioning. *RSC Advances*, 10(6), 3153–3165. <https://doi.org/10.1039/C9RA09126B>
- Li, Y., Yu, X., Zhang, S., Zhang, Y. (2021b). Influences of K<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, and Al<sup>3+</sup> on electrokinetic process and conductive mechanism of sludge electro-dewatering. *Environmental Research*, 198, 111222. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2021.111222>
- Liu, Y., Fang, H. H. P. (2003). Influences of Extracellular Polymeric Substances (EPS) on Flocculation, Settling, and Dewatering of Activated Sludge. *Critical Reviews in*

- Environmental Science and Technology*, 33(3), 237–273.  
<https://doi.org/10.1080/10643380390814479>
- Lv, H., Wang, F., Liu, D., Zhang, Y., Gu, Y., Yuan, D., Xing, S., Wu, X., Yang, J., Zhang, W., Scott, K. (2018). Effects of Piecewise Electric Field Operation on Sludge Dewatering: Phenomena and Mathematical Model. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 57(37), 12468–12477. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.8b01019>
- Mackay, I., Arden, K. E., Nitsche, A. (2002). Real-time PCR in virology. *Nucleic Acids Research*, 30(6), 1292–1305.
- Mahmoud, A., Hoadley, A. F. A., Citeau, M., Sorbet, J. M., Olivier, G., Vaxelaire, J., Olivier, J. (2018). A comparative study of electro-dewatering process performance for activated and digested wastewater sludge. *Water Research*, 129, 66–82.  
<https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.10.063>
- Mahmoud, A., Hoadley, A. F. A., Conrardy, J.-B., Olivier, J., Vaxelaire, J. (2016). Influence of process operating parameters on dryness level and energy saving during wastewater sludge electro-dewatering. *Water Research*, 103, 109–123.  
<https://doi.org/10.1016/j.watres.2016.07.016>
- Mahmoud, A., Olivier, J., Vaxelaire, J., Hoadley, A. F. A. (2010). Electrical field: A historical review of its application and contributions in wastewater sludge dewatering. *Water Research*, 44(8), 2381–2407. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.01.033>
- Mahmoud, A., Olivier, J., Vaxelaire, J., Hoadley, A. F. A. (2011). Electro-dewatering of wastewater sludge: Influence of the operating conditions and their interactions effects. *Water Research*, 45(9), 2795–2810. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.02.029>
- McKay, S. F., Paradis, R., Blanchette, M. (2007). Reducing disposal costs through advanced electro-dewatering. *Proceedings of the Water Environment Federation*, 2007(3), 1167–1179. <https://doi.org/10.2175/193864707787975750>
- Metzker, M. L. (2010). Sequencing technologies—The next generation. *Nature Reviews Genetics*, 11(1), 31–46. <https://doi.org/10.1038/nrg2626>

- Navab Daneshmand, T., Beton, R., Hill, R. J., Gehr, R., Frigon, D. (2012). Inactivation mechanisms of bacterial pathogen indicators during electro-dewatering of activated sludge biosolids. *Water Research*, 46(13), 3999–4008. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2012.05.009>
- Navab-Daneshmand, T., Beton, R., Hill, R. J., Frigon, D. (2015). Impact of Joule Heating and pH on Biosolids Electro-Dewatering. *Environmental Science & Technology*, 49(9), 5417–5424. <https://doi.org/10.1021/es5048254>
- Navab-Daneshmand, T., Enayet, S., Gehr, R., Frigon, D. (2014). Bacterial pathogen indicators regrowth and reduced sulphur compounds' emissions during storage of electro-dewatered biosolids. *Chemosphere*, 113, 109–115. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2014.04.012>
- Olivier, J., Citeau, M., Mahmoud, A., Vaxelaire, J. (2011). Etude de l'électro-déshydratation appliquée à des boues activées et des boues digérées. Récents Progrès en Génie des Procédés, Numéro 101-2011, ISSN 1775-335X - ISBN 2-910239-75-6, Ed. SFGP, Paris, France.
- Olivier, J., Conrardy, J.-B., Mahmoud, A., Vaxelaire, J. (2015). Electro-dewatering of wastewater sludge: An investigation of the relationship between filtrate flow rate and electric current. *Water Research*, 82, 66–77. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.04.006>
- Olivier, J., Mahmoud, A., Vaxelaire, J., Conrardy, J.-B., Citeau, M., Vorobiev, E. (2014). Electro-Dewatering of Anaerobically Digested and Activated Sludges: An Energy Aspect Analysis. *Drying Technology*, 32(9), 1091–1103. <https://doi.org/10.1080/07373937.2014.884133>
- Qian, X., Wang, Y., Zheng, H. (2016). Migration and distribution of water and organic matter for activated sludge during coupling magnetic conditioning–horizontal electro-dewatering (CM–HED). *Water Research*, 88, 93–103. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.10.001>
- Rumky, J., Visigalli, S., Turolla, A., Gelmi, E., Necibi, C., Gronchi, P., Sillanpää, M., Canziani, R. (2020). Electro-dewatering treatment of sludge: Assessment of the influence on relevant indicators for disposal in agriculture. *Journal of Environmental Management*, 268, 110689. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.110689>

- Saveyn, H., Curvers, D., Pel, L., De Bondt, P., Van der Meeren, P. (2006). In situ determination of solidosity profiles during activated sludge electro-dewatering. *Water Research*, 40(11), 2135–2142. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2006.04.003>
- Sha, L., Yu, X., Liu, X., Yan, X., Duan, J., Li, Y., Zhang, S. (2019). Electro-dewatering pretreatment of sludge to improve the bio-drying process. *RSC Advances*, 9(27190).
- Sha, L., Yu, X., Zhang, Y., Jiang, Q., Liu, X., Wu, Z., Zhang, S. (2020). Investigation on the variations of sludge water holding capacity of electro-dewatering process. *Environmental Research*, 190, 110011. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2020.110011>
- Sheng, G.-P., Yu, H.-Q., Li, X.-Y. (2010). Extracellular polymeric substances (EPS) of microbial aggregates in biological wastewater treatment systems: A review. *Biotechnology Advances*, 28(6), 882–894. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2010.08.001>
- Sun, B., Xin, Y., Hao, J., Zhu, X., Yan, Z. (2017). Influence of conductivity on the electro-dewatering of sewage sludge under constant voltage. *Separation Science and Technology*, 52(15), 2429–2434. <https://doi.org/10.1080/01496395.2017.1368561>
- Tuan, P., Jurate, V., Mika, S. (2008). Electro-dewatering of sludge under pressure and non-pressure conditions. *Environmental Technology*, 29(10), 1075–1084. <https://doi.org/10.1080/09593330802180294>
- Tuan, P.-A., Mika, S., Pirjo, I. (2012). Sewage Sludge Electro-Dewatering Treatment—A Review. *Drying Technology*, 30(7), 691–706. <https://doi.org/10.1080/07373937.2012.654874>
- Tuan, P.-A., Sillanpää, M. (2010). Migration of ions and organic matter during electro-dewatering of anaerobic sludge. *Journal of Hazardous Materials*, 173(1–3), 54–61. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.08.046>
- US EPA. (2003). Environmental Regulations and Technology Control of Pathogens and Vector Attraction in Sewage Sludge. *United States Environmental Protection Agency*.
- Vijh, A. K. (1999). Electroosmotic dewatering (EOD) of clays and suspensions: components of voltage in an electroosmotic cell. *Drying Technology*, 17(3), 565–574. <https://doi.org/10.1080/07373939908917552>
- Weber, K., Stahl, W. (2003). Influence of an Electric Field on Filtration in a Filter Press. *Chemical Engineering & Technology*, 26(1), 44–48. <https://doi.org/10.1002/ceat.200390005>

- Wei, Y., Zhou, X., Zhou, L., Liu, C., Liu, J. (2020). Electro-dewatering of sewage sludge: Effect of near-anode sludge modification with different dosages of calcium oxide. *Environmental Research*, 186, 109487. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2020.109487>
- Weng, C.-H., Lin, Y.-T., Yuan, C., Lin, Y.-H. (2013). Dewatering of bio-sludge from industrial wastewater plant using an electrokinetic-assisted process: Effects of electrical gradient. *Separation and Purification Technology*, 117, 35–40. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2013.06.013>
- Wingender, J., Neu, T. R., Flemming, H.-C. (Eds.). (1999). *Microbial Extracellular Polymeric Substances*. Springer Berlin Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-60147-7>
- Wu, B., Dai, X., Chai, X. (2020). Critical review on dewatering of sewage sludge: Influential mechanism, conditioning technologies and implications to sludge re-utilizations. *Water Research*, 180, 115912. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2020.115912>
- Xiao, J., Wu, X., Yu, W., Liang, S., Yu, J., Gu, Y., Deng, H., Hu, J., Xiao, K., Yang, J. (2017). Migration and distribution of sodium ions and organic matters during electro-dewatering of waste activated sludge at different dosages of sodium sulfate. *Chemosphere*, 189, 67–75. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2017.09.034>
- Xu, H., Shen, K., Ding, T., Cui, J., Ding, M., Lu, C. (2016). Dewatering of drinking water treatment sludge using the Fenton-like process induced by electro-osmosis. *Chemical Engineering Journal*, 293, 207–215. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.02.025>
- Yang, G. C. C., Chen, M.-C., Yeh, C.-F. (2011). Dewatering of a biological industrial sludge by electrokinetics-assisted filter press. *Separation and Purification Technology*, 79(2), 177–182. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2011.02.012>
- Yoshida, H. (1993). Practical aspects of dewatering enhanced by electro-osmosis *Drying Technology*, 11(4), 784–814. <https://doi.org/10.1080/07373939308916864>
- Yoshida, H., Kitajyo, K., Nakayama, M. (1999). Electroosmotic dewatering under A. C. electric field with periodic reversals of electrode polarity. *Drying Technology*, 17(3), 539–554. <https://doi.org/10.1080/07373939908917550>

- Yu, G.-H., He, P.-J., Shao, L.-M., He, P.-P. (2008). Stratification Structure of Sludge Flocs with Implications to Dewaterability. *Environmental Science & Technology*, 42(21), 7944–7949. <https://doi.org/10.1021/es8016717>
- Zhang, W., Cao, B., Wang, D., Ma, T., Xia, H., Yu, D. (2016). Influence of wastewater sludge treatment using combined peroxyacetic acid oxidation and inorganic coagulants re-flocculation on characteristics of extracellular polymeric substances (EPS). *Water Research*, 88, 728–739. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.10.049>
- Zhang, Y., Cao, B., Ren, R., Shi, Y., Xiong, J., Zhang, W., Wang, D. (2021). Correlation and mechanism of extracellular polymeric substances (EPS) on the effect of sewage sludge electro-dewatering. *Science of The Total Environment*, 801, 149753. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.149753>
- Zhang, Y., Lian, G., Dong, C., Cai, M., Song, Z., Shi, Y., Wu, L., Jin, M., Wei, Z. (2020). Optimizing and understanding the pressurized vertical electro-osmotic dewatering of activated sludge. *Process Safety and Environmental Protection*, 140, 392–402. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2020.05.016>



## Chapitre II. Matériels et méthodes

### II.1. Echantillons de boues

Différents échantillons de boues ont été utilisés au cours de cette thèse, notamment pour mettre en lien les paramètres physico-chimiques et les performances du procédé d'électrodéshydratation.

Tableau II-1. Informations sur l'origine des boues étudiées

Nom d'échantillon	Type de boue	Capacité de STEP (Eq.hab)	Procédé de traitement des eaux	Procédé de déshydratation des boues
AS-L	Boue activée urbaine	190000	Boue activée à aération prolongée	Centrifugeuse
DS-M	Boue digérée urbaine	45000	Digestion anaérobie mésophile	Filtre à bandes
IS-St	Boue industrielle d'une papeterie	300000	Boue activée	Centrifugeuse
IS-J	Boue industrielle d'une fromagerie	22000	Boue activée	Table d'égouttage
AS-U	Boue activée urbaine	20000	Boue activée à bassin anaérobie-anoxie-aérobie	Centrifugeuse
IS-G	Boue industrielle d'une usine de production de miel	48 (m <sup>3</sup> /j)	Digestion anaérobie	Sacs de filtration (teknofonghi ©)
AS-A	Boue activée urbaine	55000	Boue activée à bassin aérobie-anoxie	Centrifugeuse
IS-A	Boue industrielle d'une usine de plats industriels	34000	Boue activée	Centrifugeuse
AS-EA	Boue activée urbaine	34000	Boue activée	Centrifugeuse

IS-B	Boue industrielle d'industries chimiques	10 (t/j)	Boue activée	Centrifugeuse
DS-T	Boue digérée urbaine	950000	Digestion anaérobie	Centrifugeuse
DS-B	Boue digérée urbaine	408000	Biofiltration	Centrifugeuse

L'intégralité des échantillons de boues ont été prélevés après l'étape de déshydratation mécanique et pour des raisons de confidentialité leur origine ne sera pas communiquée dans ce manuscrit, à l'exception de la boue AS-L qui provient de la STEP de Pau-Lescar (Pyrénées Atlantiques). Cette dernière est également utilisée pour l'étude sur l'impact de la conductivité sur le procédé d'électrodéshydratation (Chapitre IV).

Après leur prélèvement dans les stations d'épuration, les échantillons sont placés dans un réfrigérateur à 4°C et stockés pendant une durée maximale d'une semaine afin de limiter l'évolution des propriétés de la boue. De ce fait, toutes les analyses et les essais se sont déroulés au cours de la même semaine pour chaque échantillon prélevé.

## II.2.Caractérisation physico-chimique des boues

### II.2.1.Matières sèches et matières volatiles

Les matières sèches est le paramètre le plus couramment mesuré sur les boues, il détermine le résidu sec après évaporation. Les matières volatiles sont assimilées à des matières organiques. Ce paramètre permet de contrôler le degré de stabilisation de la boue, la production de biogaz en cas de digestion anaérobie et l'aptitude de la boue à se déshydrater (Spinosa et Vesilind, 2001). Plus les MVS sont faibles, plus la boue est facile à se déshydrater.

#### *II.2.1.1.Protocole expérimental*

Les matières sèches (MS) et les matières volatiles sèches (MVS) ont été mesurées selon la procédure standard EN 12880 (WEF, 1995). Une quantité de boue est mise dans une étuve à 105 °C pendant 24 h pour évaporer l'eau contenue dans l'échantillon et récupérer la MS. Ensuite, la

boue contenant uniquement la MS est calcinée dans un four à moufle à 550 °C pendant 2 h pour éliminer toute la matière minérale et récupérer les MVS. La siccité est calculée à partir de la mesure de MS, elle est en effet le rapport entre la masse de boue sèche et la masse boue humide.

#### *II.2.1.2.Répétabilité*

Les mesures de siccité et de MVS ont été effectuées trois fois pour-chaque échantillon étudié. L'étude de répétabilité sur la boue AS-L est présentée à titre d'exemple dans le Tableau II-2.

*Tableau II-2. Exemple de répétabilité de mesure de siccité et MVS (boue AS-L)*

Essai	Siccité (%)	MVS (%MS)
1	20,56	78,57
2	20,27	77,50
3	20,45	75,76
Moyenne ± Ecart-type	20,43 ± 0,15	77,28 ± 1,42

#### **II.2.2.pH et conductivité électrique**

Le pH et la conductivité électrique des boues déshydratées ont été mesurés selon la méthode de (Carter and Gregorich, 2008). 5 g de boues sont mélangés à 50 mL d'eau distillée et agités pendant 4 h à l'aide d'un agitateur magnétique. Ensuite, le mélange est centrifugé à 12000 G pendant 15 min et le surnageant est récupéré. Le pH et la conductivité électrique sont alors mesurés dans le surnageant à l'aide respectivement d'un pHmètre (Sension+MM340, Hach, France) et d'un conductimètre (CDM210, MeterLab).

#### *II.2.2.1.Répétabilité*

Les mesures de pH et conductivité électrique ont été réalisées avec trois répétitions pour chaque boue étudiée. Les résultats des mesures réalisées sur la boue AS-L sont présentés à titre d'exemple dans le Tableau II-3.

Tableau II-3. Exemple de la répétabilité de mesure de pH et de conductivité électrique (boue AS-L)

Essai	pH (-)	Conductivité électrique (mS/cm)
1	7,71	0,7
2	7,95	0,6
3	7,78	0,7
Moyenne ± Ecart-type	7,81 ± 0,12	0,67 ± 0,06

### II.2.3.Charge de surface

#### II.2.3.1.Protocole expérimental

La charge de surface est mesurée par titration colloïdale selon le protocole décrit par (Wilén *et al.*, 2003). 2 g de boue déshydratée mécaniquement sont mélangés à 40 mL d'eau distillée et le tout est agité pendant 20 min. Ensuite 1 mL de ce mélange est dilué dans 100 mL d'eau distillée et 5 mL de polybrène 0,001 N (Sigma Aldrich) sont ajoutés. La suspension est mise sous agitation pendant 5 min. Cette étape permet au polybrène (cationique) de neutraliser l'ensemble des charges négatives présentes à la surface des floccs de boue. Suite à cela, une titration avec un polymère anionique, le PVSK (polyvinylsulfuric acid potassium salt) à 0,001 N (Fisher Scientific) est effectuée grâce à un indicateur coloré (bleu de Toluidine) jusqu'à atteindre le point de neutralité (quand la couleur vire du bleu vers le pourpre). Une autre titration est effectuée de la même façon en absence de boue afin d'avoir une référence. La teneur en charges de surface est finalement exprimée selon l'équation II.1.

CS =  $\frac{C_{PVSK} * (V_{PVSK_{boue}} - V_{PVSK_{blanc}})}{MS}$  (Équation II.1).

$$CS = \frac{C_{PVSK} * (V_{PVSK_{boue}} - V_{PVSK_{blanc}})}{MS} \text{ (Équation II.1)}$$

Avec CS la charge de surface (mEq/g<sub>MS</sub>), C<sub>PVSK</sub> la concentration en PVSK (mEq/L), V<sub>PVSK<sub>boue</sub></sub> le volume de PVSK ajouté en présence de la suspension en boue (L), V<sub>PVSK<sub>blanc</sub></sub> le volume de PVSK ajouté en absence de la suspension de boue (L) et MS la masse de matière sèche initialement présente dans l'échantillon de boue préparé (g)

### II.2.3.2. Répétabilité

Les mesures ont été effectuées trois fois sur chaque boue étudiée afin d'évaluer la répétabilité. Les résultats obtenus pour la boue AS-L sont présentés à titre d'exemple dans le Tableau II-4.

Tableau II-4. Exemple de répétabilité de la mesure de teneur en charge de surface (boue AS-L)

Essai	Charge de surface (mEq/g <sub>MS</sub> )
1	-0,9
2	-0,82
3	-1,2
Moyenne ± Ecart-type	-0,97 ± 0,2

### II.2.4. Hydrophobicité relative

#### II.2.4.1. Protocole expérimental

2 g de boue sont mélangés et agités à 40 mL d'eau distillée pendant 20 min. Ensuite, 20 g d'héxadécane (concentré 99%, Acros Organics) sont ajoutés et le mélange est de nouveau agité pendant 20 min afin d'obtenir un mélange homogène sous forme d'émulsion. Le mélange boue et héxadécane est transférée dans une ampoule à décanter afin de séparer les phases. La séparation dure environ 40 min. Les particules hydrophobes sont fixées sur l'héxadécane. La phase aqueuse de la suspension est récupérée et placée à l'étuve à 105°C pendant 24 h afin de déterminer la teneur en MS. Le caractère hydrophobe est ensuite défini selon l'équation suivante (Wilén *et al.*, 2003) :

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

Avec  $MS_e$  la masse de matière sèche dans la phase aqueuse après émulsification (g) et  $MS_i$  la masse de matière sèche initiale dans la suspension de boue (g)

#### II.2.4.2. Répétabilité

Les mesures ont été effectuées trois fois sur chaque échantillon de boue. Dans le Tableau II-5 sont présentés à titre d'exemple les résultats obtenus pour la boue AS-L.

Tableau II-5. Exemple de répétabilité de la mesure d'hydrophobicité relative (boue AS-L)

Essai	Hydrophobicité relative (%)
1	99,65
2	99,63
3	99,76
Moyenne $\pm$ Ecart-type	99,68 $\pm$ 0,07

### II.2.5.EPS

Il n'existe pas une méthode standard de mesure des EPS mais la plus utilisée reste la méthode basée sur une résine échangeuse de cations. L'extraction des EPS est basée sur la méthode développée par (Frølund *et al.*, 1996) et le dosage par (Lowry *et al.*, 1951) modifié par (Frølund *et al.*, 1996). Cette méthode permet une extraction avec un rendement élevé des EPS contenus dans les échantillons de boue tout en limitant une lyse cellulaire qui est susceptible de fausser les résultats. Les solutions et les échantillons sont conservés à une température de 4°C à l'aide de glace pilée durant toutes les étapes d'extraction, afin d'éviter la lyse cellulaire et le relargage de polymères intracellulaires. De même, toutes les dilutions sont effectuées avec une solution tampon à un pH quasi équivalent à celui des boues (pH=7).

#### II.2.5.1.Extraction des EPS

Dans un premier temps, la solution tampon est préparée selon les quantités nécessaires détaillées dans le Tableau II-6. Ensuite, 35 g de résine échangeuse de cations (Amberlite IR-120, Fisher Scientific) sont lavés avec 150 mL de solution tampon et agité pendant 1 h dans le noir puis filtré à l'aide d'un papier filtre afin de récupérer la résine conditionnée.

Tableau II-6. Préparation de la solution tampon pour 1L d'eau distillée

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

Un ratio de 70 g de résine conditionnée par gramme de MVS dans l'échantillon de boue est nécessaire pour extraire les EPS liés (B-EPS). La quantité adéquate de boue préparée avec 70 g d'Amberlite est donc placée dans un tube pour être centrifugé à 12000 G pendant 15 min afin de séparer les EPS solubles (S-EPS) dans le surnageant et garder les B-EPS dans le culot de centrifugation. Les S-EPS (le surnageant) sont pesés et stockés au congélateur à -20 °C dans l'attente de la procédure de dosage. Le culot quant à lui, est remis en suspension avec 30 mL de solution tampon avant d'être à nouveau centrifugé à 12000 G pendant 15 min dans le but d'une étape de lavage, le surnageant issue de cette étape est éliminé et le culot est celui qui contient les B-EPS. Ce dernier est à nouveau remis en suspension avec 30 mL de solution tampon et transféré dans un bécher contenant 35 g de résine. 70 mL de solution tampon sont utilisés pour nettoyer le tube de centrifugation contenant le culot et sont transférés dans le même bécher. Le contenu du bécher, entouré de glace pilée, est ensuite mis sous agitation à haute vitesse pendant 4 h. Cette étape permet la solubilisation des B-EPS. Le contenu du bécher est centrifugé une dernière fois à 12000 G pendant 15 min et permet de récupérer les B-EPS dans le surnageant qui est pesé et stocké au congélateur.

#### II.2.5.2. Dosage des EPS

Les principaux composants des EPS sont les protéines (PR), les substances humiques (AH) et les polysaccharides (PS). Le dosage des protéines et substances humiques est réalisé par la méthode

colorimétrique de (Lowry *et al.*, 1951) modifiée par (Frølund *et al.*, 1996), tandis que le dosage des polysaccharides est réalisé par la méthode colorimétrique établie par (Dubois *et al.*, 1956).

Dosage des protéines et des substances humiques

Le dosage des protéines consiste à former un complexe entre les liaisons peptidiques et le sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4$ ) en milieu alcalin. Ce complexe réduit les acides phosphomolybdiques et phosphotungstiques du réactif Phénol-Folin-Ciocalteau pour donner un second complexe de couleur bleue, mesuré au spectrophotomètre à une longueur d'onde 750 nm. Cependant, lors de l'utilisation de cette méthode développée par (Lowry *et al.*, 1951), (Frølund *et al.*, 1996) met en évidence des interférences causées par les substances humiques lors de la lecture au spectrophotomètre. (Frølund *et al.*, 1996) ont donc établi un protocole modifié de Lowry afin de prendre en compte les substances humiques dans la mesure des protéines. Cette méthode est basée sur le développement de la couleur en présence et absence de  $\text{CuSO}_4$ . En présence de  $\text{CuSO}_4$ , sont dosées aussi bien les protéines que les substances humiques. En l'absence de  $\text{CuSO}_4$ , le développement de la couleur est dû aux composés humiques et aux acides aminés chromogènes. A partir des absorbances lues au spectrophotomètre, il est possible de déterminer l'absorbance des protéines et des substances humiques :

$$Abs_{\text{totale avec CuSO}_4} = Abs_{\text{protéines}} + Abs_{\text{substances humiques}} \text{ (Équation II.3)}$$

$$Abs_{\text{totale sans CuSO}_4} = 0.2 * Abs_{\text{protéines}} + Abs_{\text{substances humiques}} \text{ (Équation II.4)}$$

Des deux équation ( $Abs_{\text{totale avec CuSO}_4} = Abs_{\text{protéines}} + Abs_{\text{substances humiques}}$  (Équation II.3) et  $Abs_{\text{totale sans CuSO}_4} = 0.2 * Abs_{\text{protéines}} + Abs_{\text{substances humiques}}$  (Équation II.4), il advient :

$$Abs_{\text{protéines}} = 1.25 * (Abs_{\text{totale avec CuSO}_4} - Abs_{\text{totale sans CuSO}_4}) \text{ (Équation II.5)}$$

$$Abs_{\text{substances humiques}} = Abs_{\text{totale sans CuSO}_4} - 0.2 * Abs_{\text{protéines}} \text{ (Équation II.6)}$$

La

**En présence de CuSO<sub>4</sub>**

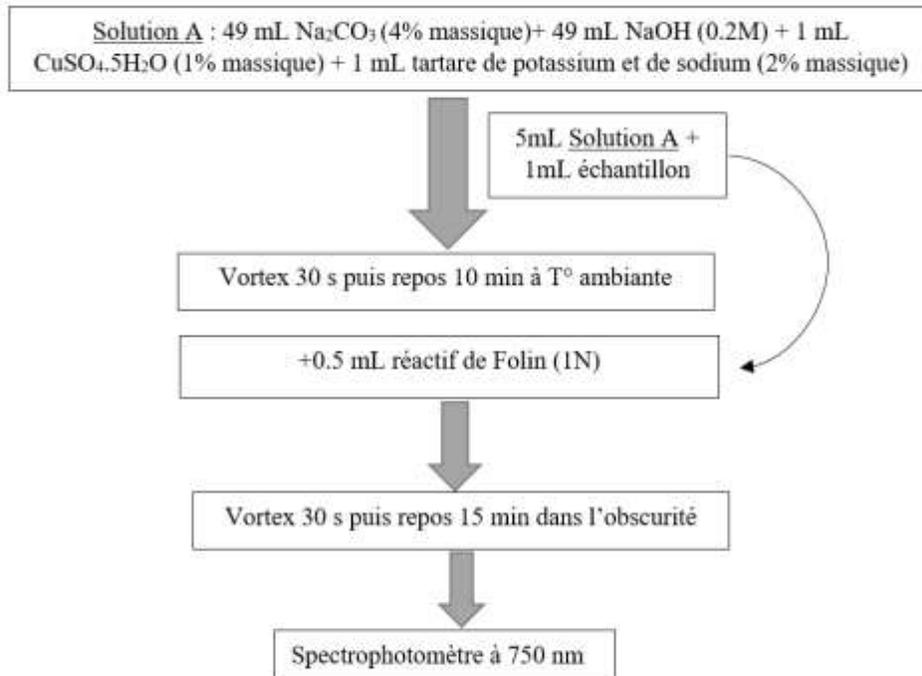
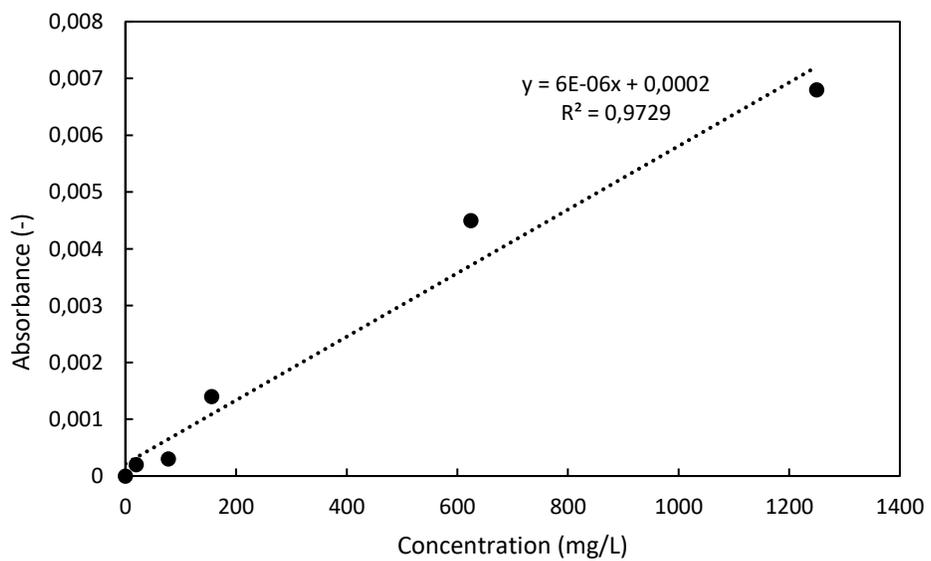
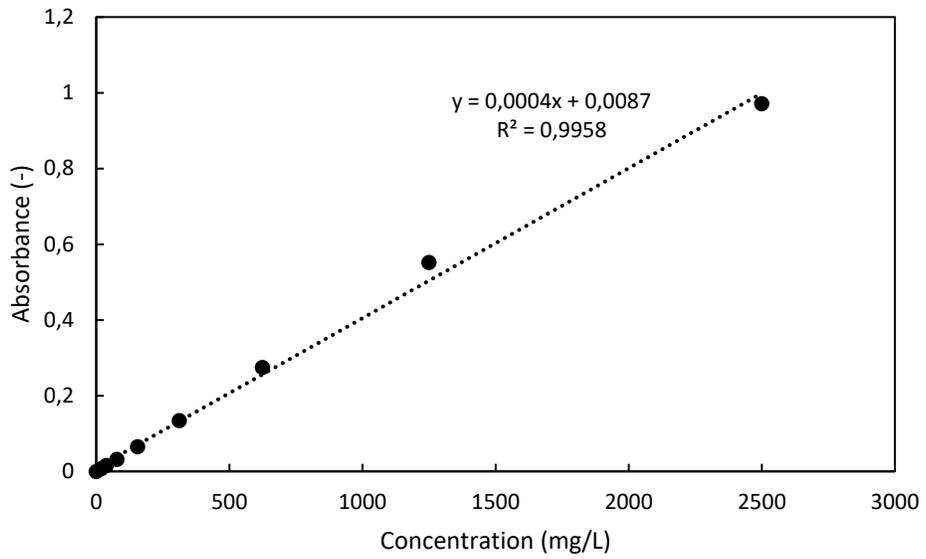


Figure  
Les



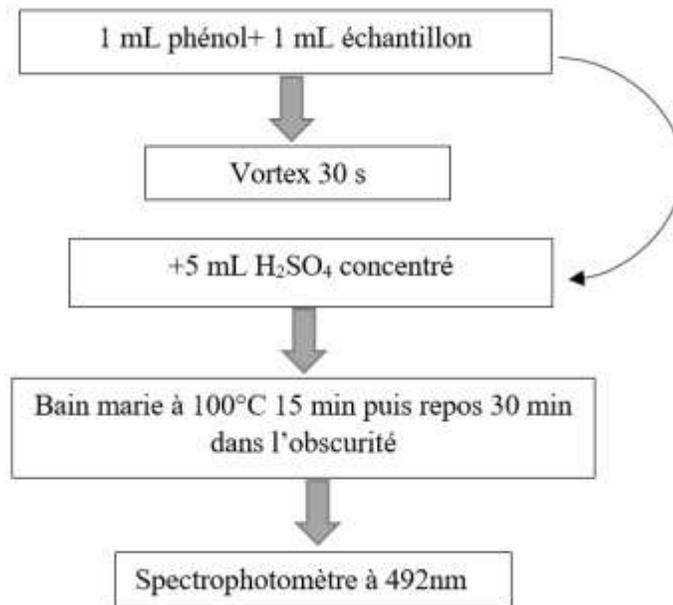
Figure



Figure

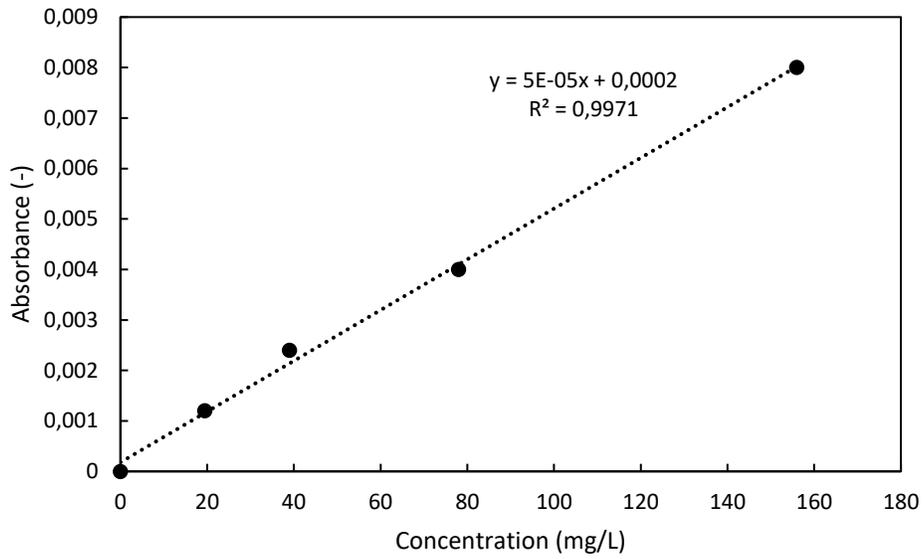
Dosage

Les



Figure

La



Figure

II.2.5.3. Détermination de la teneur en EPS

Le

Pour

Tableau

Essai	S-	B-	tot-
1	481,41	1213,16	1697,54
2	482,86	1192,26	1675,12
3	484,63	1352,67	1837,30
Moyenne	482,97	1253,69	1736,65

II.3. Essais d'électrodéshydratation

L'intégralité

II.3.1. Dispositif expérimental

Le

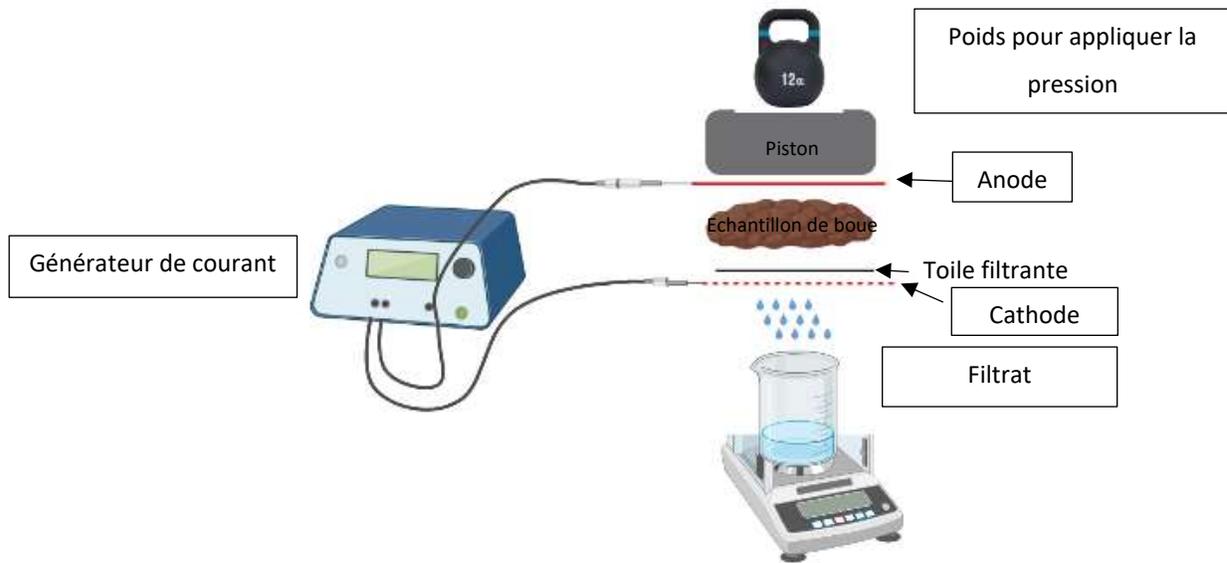
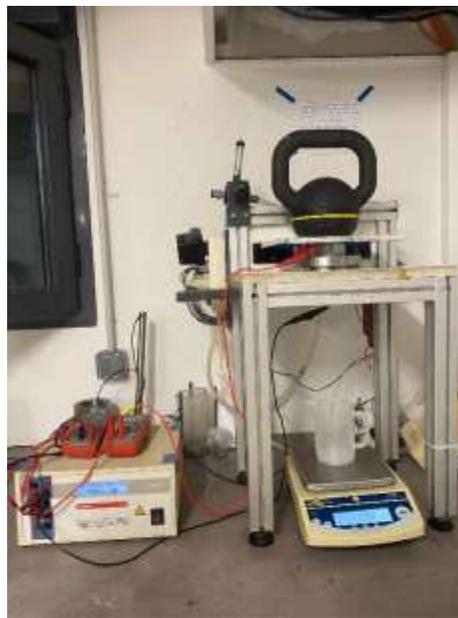


Figure  
Le



Figure

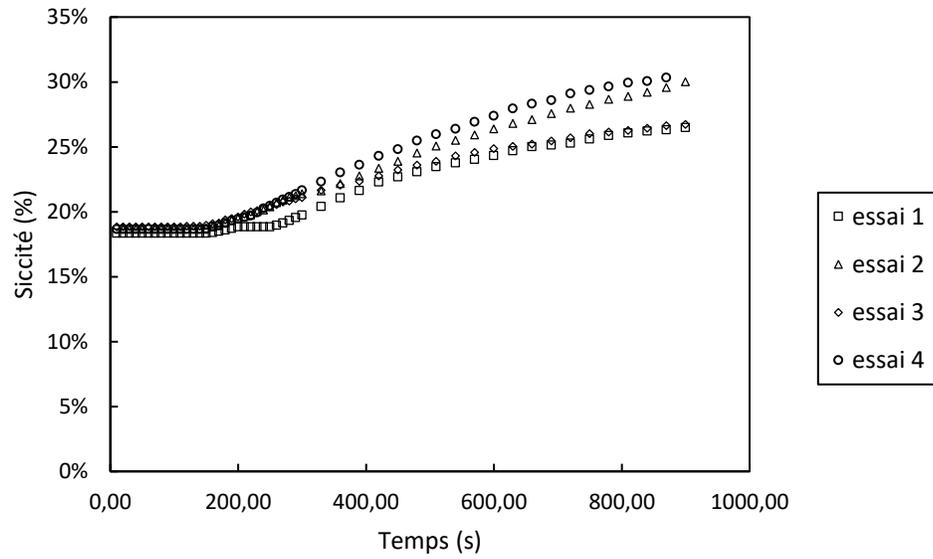
### II.3.2. Procédure expérimentale

Un

Dans

### II.3.3. Répétabilité

Afin



Figure

## II.4.Essais de compression

Les

### II.4.1.Dispositif expérimental

Une

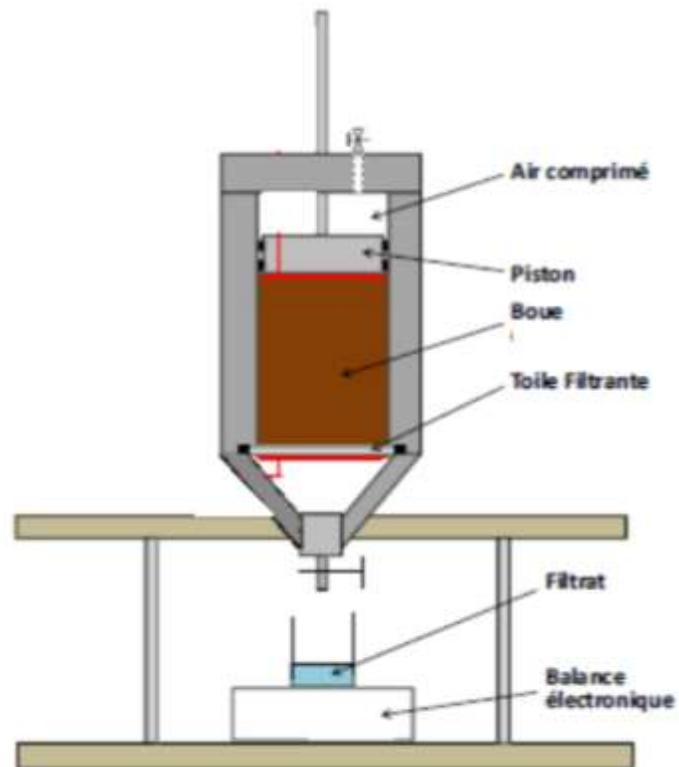


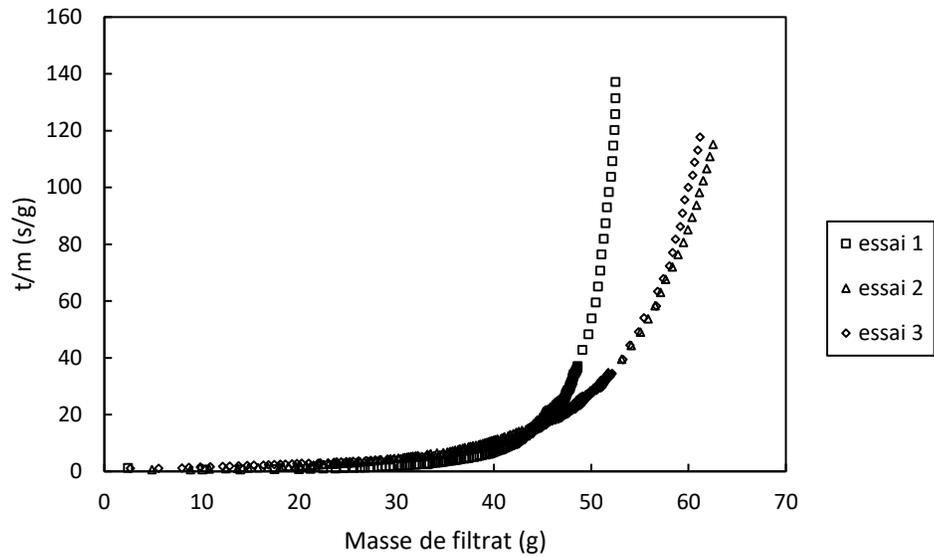
Figure  
Cette

II.4.2.Procédure expérimentale

L'échantillon

II.4.3.Répétabilité

La



Figure

II.5.Modification de la conductivité électrique des boues

II.6.Modification de la conductivité de la phase solide

Un

II.7.Modification de la conductivité de la phase liquide

Différentes

II.8. Caractérisation microbiologique des boues résiduares

Nous

II.8.1. Tests de viabilité

Afin

En

Les

Ce

II.8.2. Etude moléculaire

Une

L'intérêt

*II.8.2.1. Co-extraction des acides nucléiques*

Les

*II.8.2.2. Retro- transcription des ARN en ADNc*

Les

*II.8.2.3. Séquençage haut-débit du gène codant pour l'ARNr 16S*

Afin

Les

*II.8.2.4.PCR quantitative*

Cette

Pour

## Références

Bustin,  
Carter,  
Dubois,  
Frølund,  
Lowry,  
Wilén,

## Chapitre III. Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

### III.1.Introduction

Une

Dans

- La conductivité électrique de la phase liquide (CE) ;
- Le potentiel zéta ( $\zeta$ ) ;
- Le potentiel d'oxydo-réduction (ORP) ;
- Le pH ;
- La siccité initiale ( $MS_i$ ) ;
- La demande chimique en oxygène soluble (SCOD) ;
- Le taux de matières volatiles (MVS) ;
- Les exopolymères totaux (tot-EPS) ;
- Les exopolymères formés de protéines (PR-EPS) ;
- Les exopolymères formés de polysaccharides (PS-EPS) ;
- Le ratio PR-EPS/PS-EPS (Ratio-EPS)
- Les exopolymères solubles (S-EPS) ;
- Les exopolymères faiblement liés (LB-EPS) ;
- Les exopolymères fortement liés (TB-EPS).

Différents

- Les régressions linéaires (RL) ;
- Le coefficient de Pearson (Pearson) ;
- La matrice de Spearman (Spearman) ;
- Les régressions linéaires multivariées (RLM).

Tableau

Auteurs	Type	Paramètres	Type	Paramètres
(Zhang	4	$Q_f$	Pearson	S-
(Li	1	$MS_f$	Pearson	CE,
(Wu	5	$MS_f$	RL,	CE,
(Bai	8	$MS_f$	RL	CE,
(Visigalli	1	$MS_f$ ,	RL	CE,
(Visigalli	Mêmes	$\Delta MS$	RL	$\zeta$

Les

- Nul (0) si  $R^2 < 0,6$  avec R le coefficient de régression linéaire simple ou le coefficient de Pearson, ou si la propriété physico-chimique n'apparaît pas dans la régression linéaire multivariable. (Bai *et al.*, 2019)
- Positif (+) si le paramètre de performance augmente avec l'augmentation de la propriété physico-chimique et si  $R^2 > 0,6$  ou si la propriété apparaît dans la régression linéaire multivariable avec un coefficient positif ;
- Négatif (-) si le paramètre de performance diminue avec l'augmentation de la propriété physico-chimique et si  $R^2 > 0,6$  ou si la propriété apparaît dans la régression linéaire multivariable avec un coefficient négatif.

Malgré

Ainsi, les rôles de la conductivité électrique et du pH sur la siccité finale ne sont pas clairs puisque selon les études, un impact positif, un impact négatif ou pas d'impact du tout est observé (Tableau III-2). De même, le potentiel zéta aurait peu d'impact ou un impact négatif alors que le

m  
o  
d  
è  
l  
e

d

Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

---

siccité. Une augmentation de la concentration en EPS (et particulièrement les EPS solubles) entrainerait une diminution de la siccité finale ou du débit de filtrat (excepté pour les TB-EPS).

Tableau III-2. Bibliographie de l'études de l'impact des paramètres physico-chimiques des boues biologiques initiales sur la siccité finale, le gain de siccité ou le débit de filtrat

Propriétés physico-chimiques initiales	Impact sur la siccité finale ( $MS_f$ ), le gain de siccité ( $\Delta MS$ ) ou le débit de filtrat ( $Q_f$ ), auteurs et techniques statistiques utilisées	
CE	Impact sur $MS_f$	(+) Li <i>et al.</i> , 2020 (Pearson, RLM), Bai <i>et al.</i> , 2019 (RLM), Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL) (0) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL : boues, Spearman et RLM : boues + sédiments), Bai <i>et al.</i> , 2019 (RL) (-) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL, sédiments, RLM boues +sédiments)
	Impact sur $\Delta MS$	(0) Visigalli <i>et al.</i> ; 2017a (RL)
Potentiel $\zeta$	Impact sur $MS_f$	(0) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL, Boues, RLM boues + sédiments), Bai <i>et al.</i> , 2019 (RL) (-) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL, sédiments, RLM : boues + sédiments)
	Impact sur $\Delta MS$	Visigalli <i>et al.</i> , 2017b (RL) (attention si $\zeta$ est négatif plus sa valeur absolue augmente, meilleure est le gain de siccité)
ORP	Impact sur $MS_f$	(-) Li <i>et al.</i> , 2020 (Pearson, RLM)
pH	Impact sur $MS_f$	(+) Li <i>et al.</i> , 2020 (RLM) (0) Li <i>et al.</i> , 2020 (Pearson), (0) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL, RLM autre technique), Bai <i>et al.</i> , 2019 (RL et RLM), Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL) (-) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RLM)
	Impact sur $\Delta DS$	(0) Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL)
$MS_i$	Impact sur $MS_f$	(+) Bai <i>et al.</i> , 2019 (RL), Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL) (0) Bai <i>et al.</i> , 2019 (RLM),
	Impact sur $\Delta MS$	(0) Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL)
SCOD	Impact sur $MS_f$	(+) Li <i>et al.</i> , 2020 (Pearson, RLM)

Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

<b>MVS</b>	<b>Impact sur MS<sub>f</sub></b>	(0) Bai <i>et al.</i> , 2019 (RLM) (-) Li <i>et al.</i> , 2020 (Pearson, RLM), Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL, Spearman, RLM), Bai <i>et al.</i> , 2019 (RL), Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL)
	<b>Impact sur ΔMS</b>	(0) Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL)
<b>EPS</b>	<b>Impact sur MS<sub>f</sub></b>	(-) Bai <i>et al.</i> , 2019 (RL, RLM)
<b>PR-EPS</b>	<b>Impact sur MS<sub>f</sub></b>	(0) Bai <i>et al.</i> , 2019 (RL) (-) Bai <i>et al.</i> , 2019 (RLM)
<b>PS-EPS</b>	<b>Impact sur MS<sub>f</sub></b>	(-) Bai <i>et al.</i> , 2019 (RL et RLM)
<b>Ratio-EPS</b>	<b>Impact sur MS<sub>f</sub></b>	(+) Bai <i>et al.</i> , 2019 (RL et RLM)
<b>S-EPS</b>	<b>Impact sur Q<sub>f</sub></b>	(-) Zhang <i>et al.</i> , 2021 (Pearson)
<b>LB-EPS</b>	<b>Impact sur Q<sub>f</sub></b>	(-) Zhang <i>et al.</i> , 2021 (Pearson)
<b>TB-EPS</b>	<b>Impact sur Q<sub>f</sub></b>	(+) Zhang <i>et al.</i> , 2021 (Pearson) avec par ordre d'importance S-EPS > LB-EPS > TB-EPS

Les résultats sur la consommation d'énergie présentés dans le Tableau III-3 sont tout aussi difficiles à interpréter.

Tableau III-3. Bibliographie de l'études de l'impact des paramètres physico-chimiques des boues biologiques initiales sur la consommation d'énergie

Propriétés physico-chimiques initiales	Impact sur la consommation d'énergie (E)
CE	(+) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL : sédiments, Spearman et RLM : boues + sédiments) (0) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL : boues), Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL)
Potentiel $\zeta$	(0) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL : sédiments ou boues, RLM : boues + sédiments) (-) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RLM : boues + sédiments) (attention si $\zeta$ est négatif, plus il diminue, plus la consommation augmente)
pH	(0) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL : sédiments ou boues, Spearman et RLM : boues + sédiments), Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL) (-) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RLM : boues + sédiments)
MS <sub>i</sub>	(+) Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL)
MVS	(+) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL : sédiments) (0) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RL : boues, RLM : boues + sédiments), Visigalli <i>et al.</i> , 2017a (RL) (-) Wu <i>et al.</i> , 2020 (RLM : boues + sédiments)

Toutes ces études ont été menées à tension constante, cependant un autre mode de fonctionnement, à intensité imposée constante (I-EDW), peut également avoir un intérêt industriel, notamment au début d'une opération d'électrodéshydratation, car il évite l'apparition d'un pic d'intensité et du pic de température qui en découle (par effet Joule) (Citeau *et al.*, 2012; Olivier *et al.*, 2015). Ce mode de fonctionnement bien que très intéressant reste beaucoup moins décrit dans la littérature pour les boues biologiques. Il semble donc important d'essayer de vérifier si les résultats obtenus, sur la base d'essais menés en U-EDW, quant à l'impact des propriétés des boues sur leurs performances en électrodéshydratation, restent valables lors d'un fonctionnement à intensité fixée (I-EDW).

Par ailleurs, la mise en place d'essai réalisés à intensité constante doit aussi servir à compléter un modèle empirique précédemment développé au LaTEP (Olivier *et al.*, 2015) dont l'utilisation permet de prévoir l'évolution de la siccité de la boue au cours de la déshydratation. Ce modèle utilise un coefficient de cinétique ( $K_{I-EDW}$ ) dont la valeur doit être impactée par :

- La pression appliquée, si celle-ci est inférieure à 1 bar ;
- Les propriétés et la configuration des électrodes et du média filtrant ;
- Les propriétés physico-chimiques des boues.

Ainsi, l'étude présentée dans ce chapitre a aussi pour autre but de voir dans quelle mesure l'impact des propriétés physico-chimiques des boues peut être intégré dans le modèle, et d'essayer d'évaluer l'aptitude des boues à l'électrodéshydratation en fonction de ces propriétés physico-chimiques. Les critères sélectionnés dans notre étude pour évaluer les capacités d'électrodéshydratation d'une boue sont les performances du procédé avec cette boue en termes de gain de siccité obtenu ( $\Delta MS$ ), de cinétique d'électrodéshydratation ( $K_{I-EDW}$ ) et de consommation énergétique globale (E).

Dans un premier temps, nous avons effectué des essais d'EDW sur différents échantillons de boues issues de différentes stations d'épurations (STEP). Au total, nous avons étudié 12 échantillons de boues différents composés soit de boues activées soit de boues digérées provenant de stations d'épuration urbaines ou industrielles. L'intégralité des informations recueillies sur les boues utilisées est détaillée dans le Tableau II-1. Les caractérisations physico-chimiques ont été effectuées pour toutes les boues selon les protocoles détaillés dans le paragraphe II.2 du Chapitre II. Les essais d'électrodéshydratation ont été réalisés sur chaque échantillon de boue avec une intensité constante  $I = 0,32$  A et une pression  $P = 36$  kPa toutes deux appliquées pendant 15 min. Suite à ces expériences, des tests statistiques ont été utilisés dans le but de déterminer les paramètres physico-chimiques qui ont un impact significatif sur les performances du procédé.

### III.2. Caractérisation physico-chimique

Les propriétés physico-chimiques des boues étudiées sont listées dans le Tableau III-4. Les mesures ont été effectuées trois fois pour évaluer la répétabilité et les résultats sont présentés sous le format moyenne  $\pm$  écart-type.

Ces paramètres ont été choisis car :

- La siccité initiale ( $MS_i$ ) après déshydratation mécanique donne une indication sur la quantité d'eau contenue par la boue et la difficulté à l'extraire par voie mécanique ;
- Les matières volatiles (MVS) renseignent sur la composition organique de la matière sèche (MS). Par ailleurs, il est généralement admis que les boues ayant un taux de MVS élevé sont difficiles à déshydrater. (Bai *et al.*, 2019) ont aussi montré une corrélation forte entre les MVS et la siccité finale des boues après électrodéshydratation ;
- Le pH joue un rôle en électrodéshydratation selon certains auteurs. Par exemple, (Sha *et al.* 2020) observent une corrélation entre le pH et la résistance électrique des boues ;
- Le potentiel d'oxydoréduction (ORP) serait fortement corrélé à la déshydratabilité de la boue (Lv *et al.*, 2019) ;
- La conductivité électrique (CE) intervient dans le modèle du flux électroosmotique (Mahmoud *et al.*, 2010) ;
- L'hydrophobicité peut renseigner sur la présence d'eau liée ou non à des particules. Par ailleurs, récemment, certains auteurs ont montré que le caractère hydrophobe de certains flocculants permet d'améliorer la déshydratation mécanique des boues (Hu *et al.*, 2021). Enfin, l'hydrophobicité des boues serait liée à certaines caractéristiques des EPS (Sha *et al.*, 2020 ; Li *et al.*, 2020) ;
- La charge de surface (CS) est corrélée au potentiel zéta qui intervient directement dans le modèle du flux électroosmotique (Mahmoud *et al.*, 2010) ;
- Les EPS jouent également un rôle important dans le procédé d'électrodéshydratation. Une teneur importante en EPS aurait un impact négatif sur la déshydratation (Bai *et al.*, 2019; Cao *et al.*, 2018).

Tableau III-4. Caractérisation physico-chimique des boues

Échantillon	MS <sub>i</sub> (%)	MVS (% <sub>MS</sub> )	pH (-)	ORP (mV)	CE (mS/cm)	Hydrophobicité relative (%)	CS (mEq/g <sub>MS</sub> )	EPS (mg/g <sub>MS</sub> )		
								S-EPS	B-EPS	tot-EPS
AS-L	20,43 ±0,15	77,00 ±0,10	7,7 ±0,17	-35,00 ±0,58	0,60 ± 0,06	99,69 ±0,09	-0,97 ±0,20	676,96 ±16,88	1030,26 ± 1,61	1707,22 ± 15,85
DS-M	14,60 ±1,11	58,00 ±1,00	8,17 ±0,05	-57,67 ±1,53	0,47 ± 0,06	98,97 ± 1,04	-0,97 ±0,42	159,12 ±21,21	204,8 ± 15,43	363,92 ± 42,22
IS-J	8,24 ±0,14	69,00 ±4,00	7,81 ±0,71	-51,33 ±3,51	0,83 ± 0,06	98,88 ± 0,93	-0,77 ±0,15	42,69 ±1,40	248,68 ± 0,78	291,37 ± 1,40
AS-U	18,66 ±0,08	72,00 ± 0,40	7,21 ±0,18	-15,13 ±3,29	0,50 ± 0,00	99,38 ± 0,15	-1,46 ±0,70	955,06 ±57,32	437,17 ±9,00	1392,23 ±66,32
IS-G	12,16 ±0,13	44,31 ±5,87	7,99 ±0,05	-45,97 ±2,80	2,80 ± 0,00	98,44 ± 1,24	-5,02 ± 0,17	128,63 ±5,44	133,49 ±1,57	262,12 ±7,01
AS-A	18,41 ±0,14	76,58 ±0,18	6,94 ±0,07	11,90 ±4,09	0,93 ± 0,05	99,68 ± 0,16	-2,93 ± 0,81	187,22 ±6,90	627,14 ±55,63	814,36 ±62,43
AS-EA	18,56 ±0,87	76,11 ±3,47	7,87 ±0,16	-35,7 ±3,54	0,90 ± 0,00	99,87 ± 0,00	-3,14 ±0,37	145,33 ±11,70	1607,41 ±43,69	1752,74 ±31,99
IS-B	24,48 ±0,60	33,68 ±2,20	7,56 ±0,12	-20,7 ±6,24	4,40 ± 0,10	99,04 ± 0,77	2,40 ±1,84	114,71 ±15,17	164,67 ±0,68	279,37 ±14,48
DS-T	24,27 ±0,33	59,12 ±0,50	7,97 ±0,02	-43,70 ±4,29	1,03 ± 0,06	99,32 ± 0,16	-1,37 ±0,44	486,51 ±25,72	478,63 ±23,32	965,14 ±26,03
DS-B	24,74 ±1,41	61,17 ±2,30	7,96 ±0,05	-46,87 ±2,97	1,00 ± 0,00	N.A	-5,40 ±1,31	948,15 ±NA	1030,26 ±NA	1978,41 ±NA

Une première analyse globale du Tableau III-4 indique que l'hydrophobicité et le pH varient très peu avec les boues étudiées. Par conséquent, ces deux paramètres ne permettent pas de discriminer les boues. Ils seront donc écartés dans la suite de l'étude.

Une étude un peu plus détaillée du Tableau III-4 révèle des différences notables sur les autres grandeurs physico-chimiques. Les écarts observés entre les boues sont principalement dus à la diversité de la nature des boues (boues activées, boues digérées) et de leur origine (boues

urbaines, boues industrielles issues de différents types d'industrie). Par ailleurs, il est important de noter qu'il n'existe pas dans la littérature de réelles méthodes standardisées pour mesurer sur des boues les différents paramètres physico-chimiques reportés dans le Tableau III-1. Par conséquent il est difficile de comparer les valeurs obtenues dans notre étude avec celles disponibles dans la littérature, notamment pour la charge de surface, l'hydrophobicité relative et les données relatives aux EPS.

### III.3. Mesure des performances du procédé d'électrodéshydratation sur les échantillons de boues

Le comportement des boues à l'électrodéshydratation a été évalué pour chaque essai à partir de la mesure de la quantité de filtrat recueillie, et le calcul de l'évolution de la siccité de la boue au cours du temps. Ainsi avec l' $MS_t = \frac{m_{DS}}{m_{total}^{in} - m_{filtrat}(t)}$  (Équation III.1 (Mahmoud *et al.*, 2016)) on peut calculer :

$$MS_t = \frac{m_{DS}}{m_{total}^{in} - m_{filtrat}(t)} \text{ (Équation III.1)}$$

Avec  $MS_t$  l'évolution de la siccité au cours du temps (%),  $m_{DS}$  la masse de matière sèche dans l'échantillon de boue introduite dans la cellule d'EDW (g),  $m_{total}^{in}$  : la masse d'échantillon de boue introduite dans la cellule d'EDW (g),  $m_{filtrat}(t)$  : la masse de filtrat récoltée au cours du temps (g).

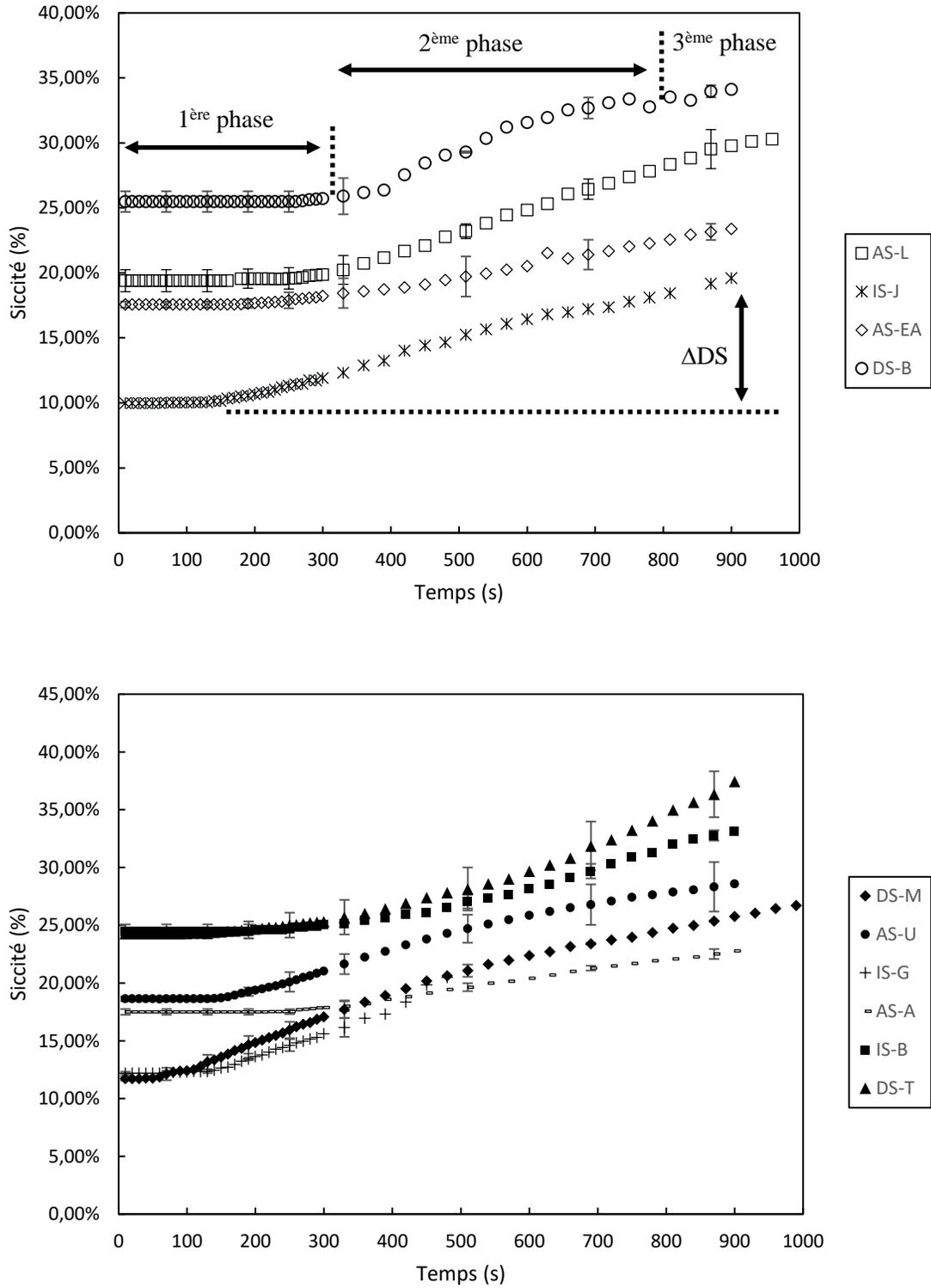


Figure III.1. Evolution de la siccité au cours du temps pendant les essais d'EDW pour l'intégralité des échantillons de boue étudiés

Lors des essais, l'application du courant électrique sur les échantillons de boues (qui ont préalablement déjà subi une déshydratation mécanique) a permis d'extraire une quantité d'eau supplémentaire améliorant ainsi le taux de déshydratation de la boue (gain de siccité).

Les courbes de la Figure III.1 révèlent 3 phases :

- Une première phase où, malgré l'application du courant électrique et l'apparition d'une différence de potentiel électrique entre les deux électrodes, aucune goutte de filtrat n'est récupérée.

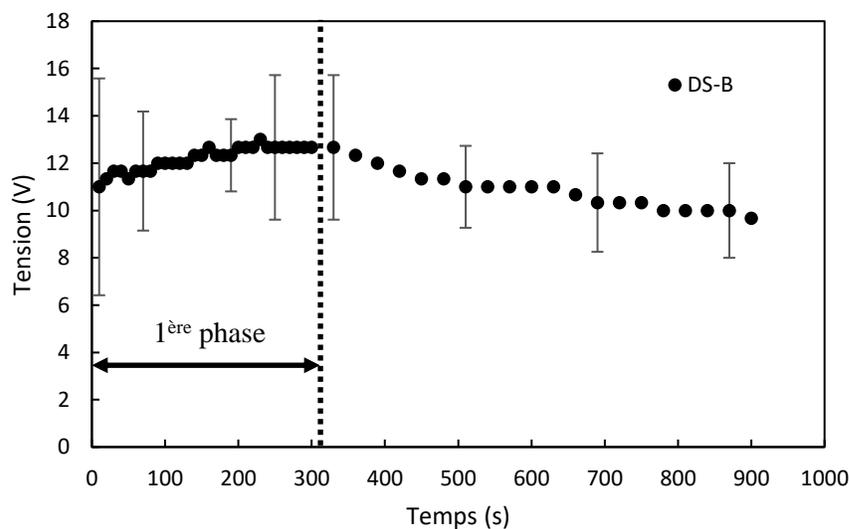


Figure III.2. Evolution de la tension électrique au cours du temps pendant les essais d'EDW de la boue DS-B

Selon (Visigalli *et al.*, 2017c) et (Xiao *et al.*, 2017), c'est une phase durant laquelle le phénomène d'électro-migration est prépondérant. Ce sont les ions présents au cœur de la phase aqueuse, très mobiles, qui se déplacent vers les électrodes. Ces ions n'entraînent pas de molécules d'eau avec eux.

- Une deuxième phase pendant laquelle le filtrat est extrait. L'évolution de la siccité au cours du temps est pratiquement linéaire. Cette partie de la courbe peut être décrite par le modèle d'(Olivier *et al.*, 2015). La constante  $K_{I-EDW}$  peut alors être déterminée :

$$K_{I-EDW} = \frac{\text{pente} * m_{total}^{in}}{I_{app}} \text{ (Équation III.2)}$$

Avec  $K_{I-EDW}$  le coefficient de cinétique ( $\text{g}_{\text{MS}} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{A}^{-1}$ ), *pente* la pente de la partie linéaire (2<sup>ème</sup> phase) de la courbe d'évolution de la siccité au cours du temps (-),  $m_{total}^{in}$  la masse d'échantillon de boue introduite dans la cellule d'EDW (g) et  $I_{app}$  le courant électrique appliqué (A).

- Une troisième phase est observée pour certaines boues, présentant un ralentissement de la cinétique jusqu'à l'arrêt de l'extraction.

Etant donné que le temps de de manipulation reste le même pour chaque essai mais que les échantillons de boue n'ont pas la même siccité initiale, nous avons utilisé le gain de siccité (c'est à dire la différence entre la siccité obtenue en fin d'essai et la siccité initiale des boues ( $\Delta MS = MS_f - MS_i$  (Équation III.3) pour évaluer l'aptitude des boues à l'électrodéshydratation :

$$\Delta MS = MS_f - MS_i \text{ (Équation III.3)}$$

Avec  $\Delta MS$  le gain de siccité (%),  $MS_f$  la siccité finale de la boue après EDW (%) et  $MS_i$  la siccité initiale de la boue avant EDW (%).

La consommation énergétique globale de l'opération a également été calculée pour chaque essai. Elle correspond à l'énergie totale consommée pendant les 15 minutes d'application du champ électrique, divisée par la quantité totale de filtrat collecté. L'énergie consommée « instantanée » a été calculée pour chaque pas de temps  $\Delta t_i$  (correspondant à deux mesures consécutives de la tension et de la masse de filtrat) :

$$E_{inst} = I_{app} \times U_i \times \Delta t_i \text{ (Équation III.4)}$$

Avec  $E_{inst}$  l'énergie instantanée consommée (kWh),  $I_{app}$  le courant électrique appliqué (A),  $U_i$  la tension mesurée au temps  $t_i$  (V), et  $\Delta t_i (= t_i - t_{i-1})$  le pas de temps entre deux mesures (s).

L'énergie globale consommée est alors égale à :

$$E_{globale} = \frac{\sum_0^N I_{app} \times U_i \times \Delta t_i}{m_{f,totale}} \text{ (Équation III.5)}$$

Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

Avec  $E_{globale}$  l'énergie globale consommée (kWh/kg<sub>filtrat</sub>),  $m_{f, totale}$  la masse totale de filtrat collecté (kg) et  $N$  le nombre de points de mesure de la masse de filtrat lors d'un essai d'électrodéshydratation.

Les résultats obtenus en termes de gain de siccité ( $\Delta MS$ ), de cinétique ( $K_{I-EDW}$ ) et de consommation énergétique sont présentés dans le Tableau III-5.

Tableau III-5. Gains de siccité, cinétiques et consommations globales d'énergie pour les échantillons de boues étudiés

Echantillon	MS <sub>i</sub> (%)	MS <sub>f</sub> (%)	$\Delta MS$ (%)	$K_{I-EDW}$ (g <sub>MS</sub> ·s <sup>-1</sup> ·A <sup>-1</sup> )	$E_{globale}$ (kWh/kg <sub>filtrat</sub> )
AS-L	20,43 ±0,15	31,12 ±0,28	12,17 ±0,01	0,0011 ±1E <sup>-04</sup>	0,45 ±0,01
DS-M	14,6 ±1,11	30,7 ±1,56	18,96 ±0,02	0,0006 ±7,07E <sup>-05</sup>	0,16 ±0,002
IS-J	8,24 ±0,14	19,6 ±0,99	9,62 ±0,01	0,0004 ±3,69E <sup>-05</sup>	0,18 ±0,05
AS-U	18,66 ±0,08	28,56 ±2,28	9,94 ±2,26	0,0018 ±0,0003	0,35 ±0,11
IS-G	11,26 ±0,19	21,71 ±1,94	10,52 ±1,14	0,001 ±5,63E <sup>-05</sup>	0,28 ±0,06
AS-A	18,41 ±0,14	22,79 ±0,52	5,29 ±0,77	0,0008 ±0,0002	0,49 ±0,06
AS-EA	18,56 ±0,87	23,39 ±0,57	5,83 ±0,55	0,0012 ±0,0003	0,45 ±0,06
IS-B	25,92 ±0,14	33,16 ±0,49	8,69 ±0,11	0,0011 ±0,0001	0,33 ±0,04
DS-T	24,48 ±0,47	37,45 ±1,51	12,98 ±1,59	0,0022 ±0,0005	0,62 ±0,16
DS-B	26,82 ±0,05	34,63 ±0,89	9,99 ±0,87	0,0015 ±0,0002	0,17 ±0,00

Les résultats montrent un gain de siccité, en fonction des échantillons de boues, compris entre 5 et 19 points. Le procédé permet donc de réduire significativement l'humidité des boues

## Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

---

prélevées qui pour rappel sont des boues qui ont déjà été déshydratées mécaniquement (lors de leur traitement dans les stations d'épuration dont elles sont issues).

La consommation globale d'énergie est quant à elle comprise entre 0,16 et 0,62 kWh/kg<sub>filtrat</sub>. Dans tous les cas étudiés cette consommation est plus faible que l'enthalpie de vaporisation de l'eau, énergie théorique minimale à fournir par un procédé de séchage thermique des boues. Ces résultats confirment donc bien l'intérêt (énergétique et du coup sûrement économique) du procédé d'électrodéshydratation, intérêt largement démontré dans la littérature.

La Figure III.3 résume graphiquement tous ces résultats.

# Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

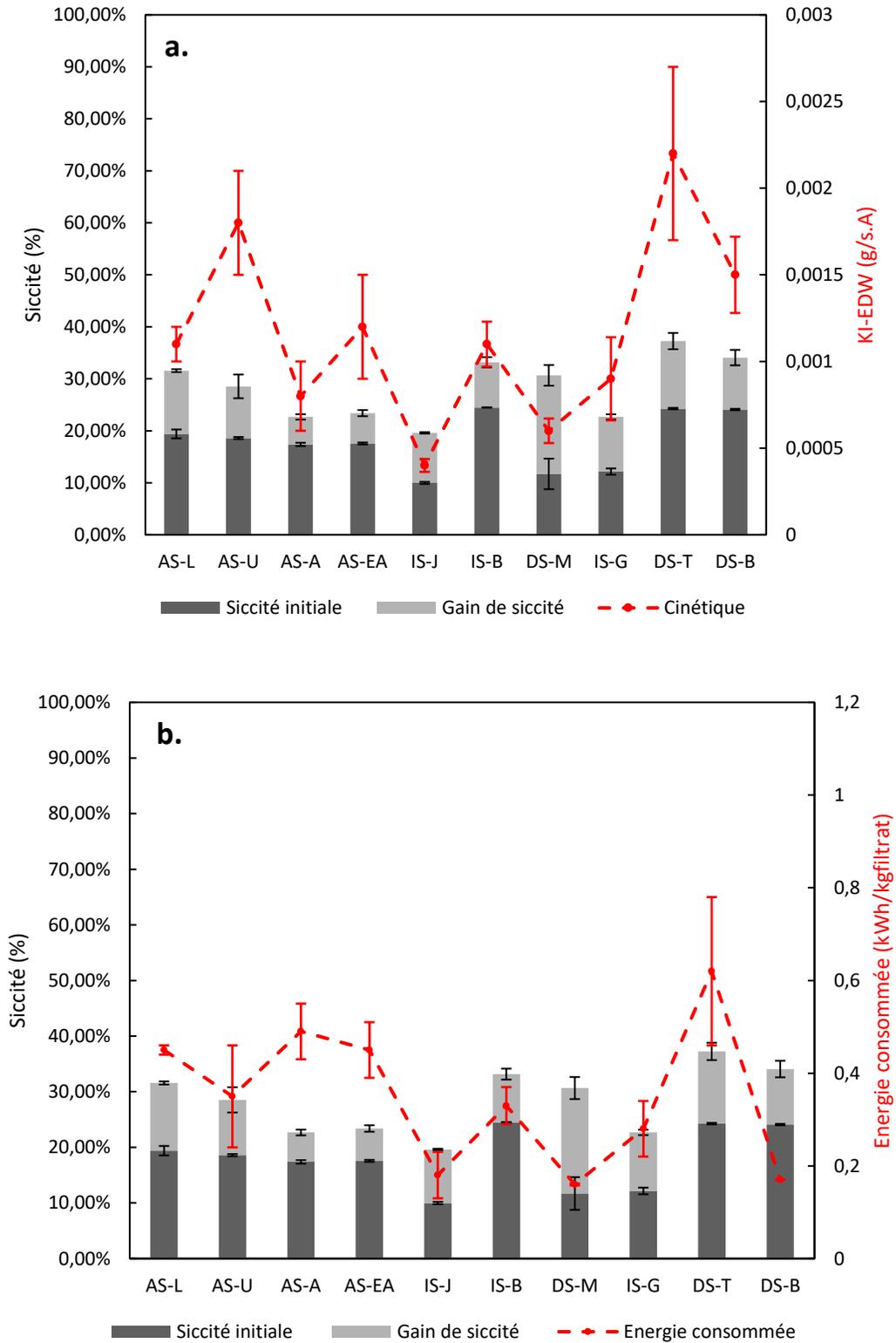


Figure III.3. Performance des tests d'EDW pour les différentes boues en termes ; a : de gain de siccité et de cinétique ; b : de gain de siccité et de consommation globale d'énergie

L'analyse du comportement des 10 boues en fonction de leurs propriétés physico-chimiques est complexe. Par exemple, en ce qui concerne le gain de siccité, les boues AS-L et AS-U qui sont toutes deux des boues activées urbaines avec une siccité initiale (MSi) similaire ont des  $\Delta MS$  comparables (environ 10-12 %), tandis que la boue DS-M qui est une boue digérée urbaine permet d'obtenir un  $\Delta MS$  plus élevé (19 %). Le processus de stabilisation induit par la digestion anaérobie peut entraîner une diminution de la fraction organique, donc une teneur en MVS plus faible et une présence moindre d'EPS (environ 363 mg/gMVS pour DS-M contre 1707 et 1392 mg/gMVS pour AS-L et AS-U, respectivement). Cependant, les boues digérées urbaines DS-T et DS-B ne présentent pas des performances en gain de siccité aussi importantes que la boue DS-M. En effet, le gain de siccité pour ces deux boues est d'environ 10-13%. Cependant, ces 2 boues ont une teneur totale en EPS plus élevée, environ 965 mg<sub>EPS</sub>/g<sub>DS</sub> pour DS-T et 1978 mg<sub>EPS</sub>/g<sub>MS</sub> pour DS-B, proche des boues A-SL et AS-U. Une présence plus élevée d'EPS empêcherait donc l'élimination de l'eau des boues. Par ailleurs, ces 2 boues ont également une conductivité électrique plus élevée (1,03 mS/cm et 1 mS/cm) que DS-M, AS-L et AS-U. Or en comparant toutes les boues activées urbaines qui ont un MSi similaire, autour de 18-20 % (AS-L, AS-U, AS-A et AS-EA), nous remarquons quelques différences au niveau du gain de siccité. AS-L et AS-U permettent d'atteindre un  $\Delta MS$  de 9 à 12 %, tandis que AS-A et AS-EA présentent un  $\Delta MS$  faible (environ 5 %). Les écarts constatés peuvent s'expliquer par les valeurs différentes au niveau de la conductivité (environ 0,55 mS/cm pour AS-L et AS-U, contre environ 0,9 mS/cm pour AS-A et AS-EA). En effet, si AS-EA a des taux d'EPS et de MVS équivalents à AS-L, le taux de MVS est le même pour AS-A, tandis que son taux d'EPS est plus faible. Cela devrait favoriser l'électrodéshydratation. Cependant, l'augmentation de la conductivité électrique viendrait annuler cet avantage.

Face à la difficulté d'analyser simplement les résultats obtenus, une analyse statistique a été effectuée pour tenter de mieux révéler le degré d'influence que peut avoir chacun des paramètres physico-chimiques dans ce système multivariable complexe.

### III.4.Analyse statistique

#### III.4.1.Régressions linéaires simples

Dans un premier temps, de simples régressions linéaires ont été tracées pour chacun des paramètres (Figure III.4, Figure III.5 et Figure III.6). Pour le gain de siccité et la consommation globale d'énergie, tous les coefficients de régression sont médiocres ( $R^2 < 0,5$ ). Pour le coefficient de cinétique, seule la siccité initiale donne un coefficient de régression supérieur à 0,5.

# Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

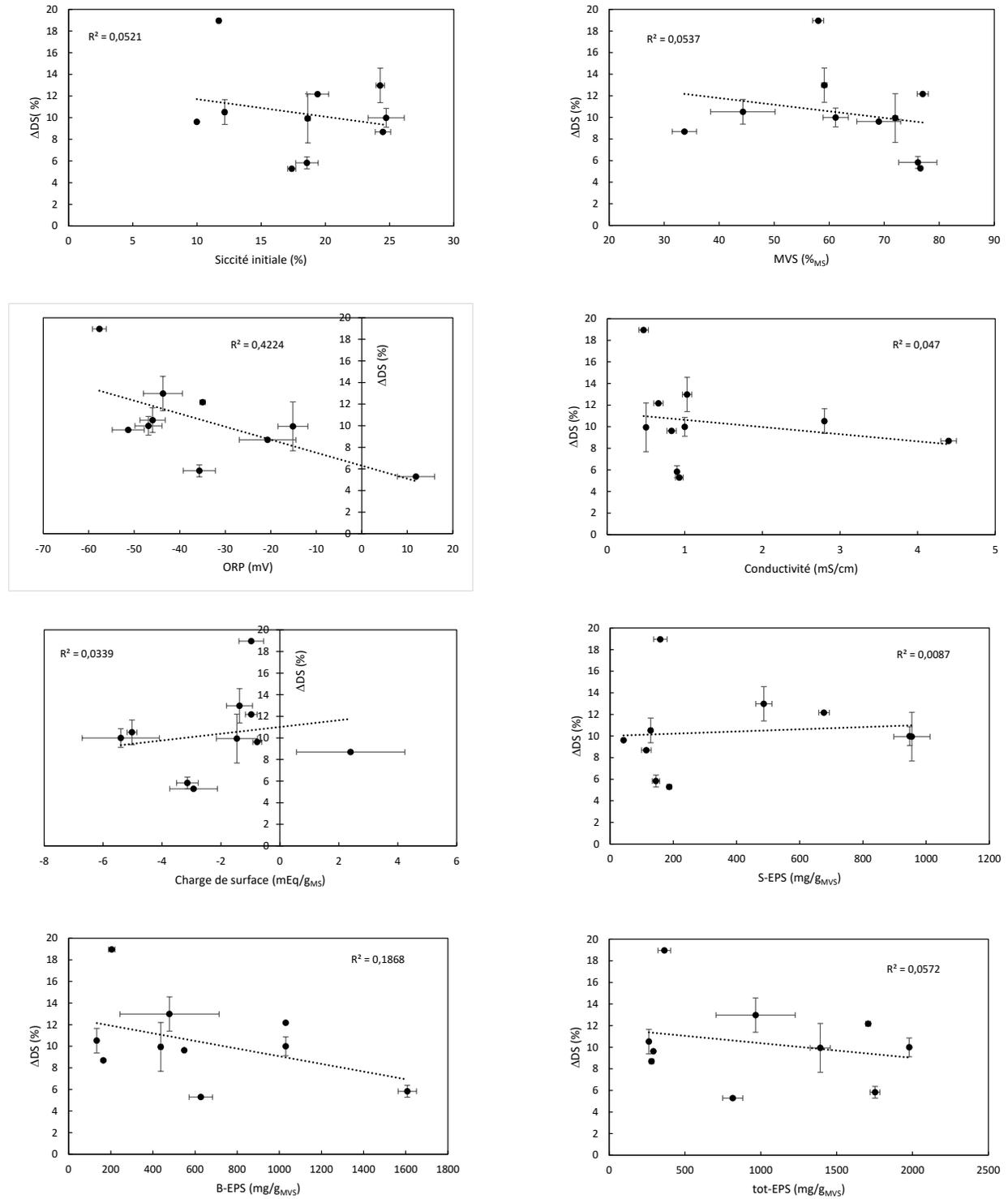


Figure III.4. Corrélations linéaires simples entre le gain de siccité et les paramètres physico-chimiques

# Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

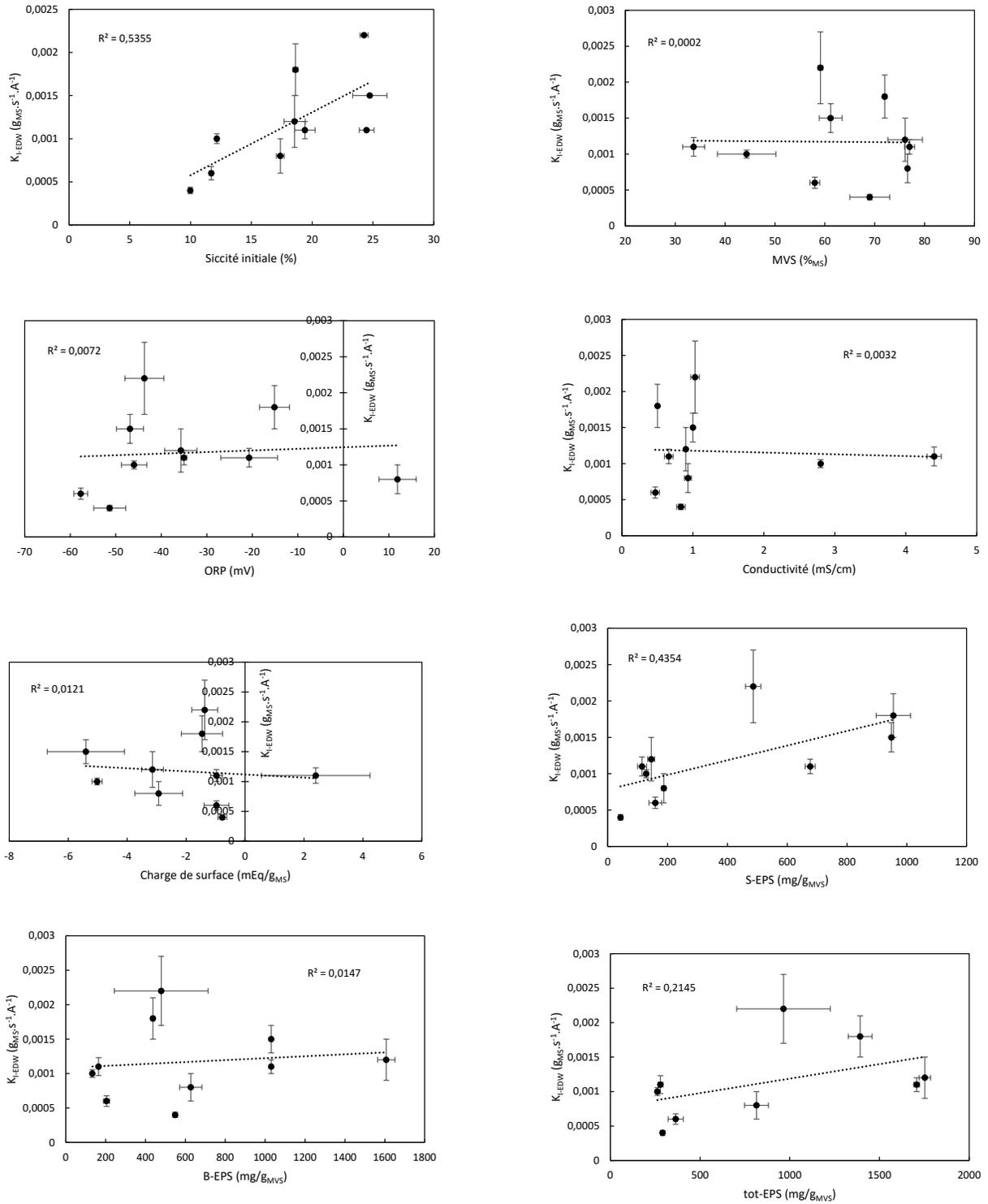


Figure III.5. Corrélations linéaires simples entre le coefficient de cinétique  $K_{I-EDW}$  et les paramètres physico-chimiques

# Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

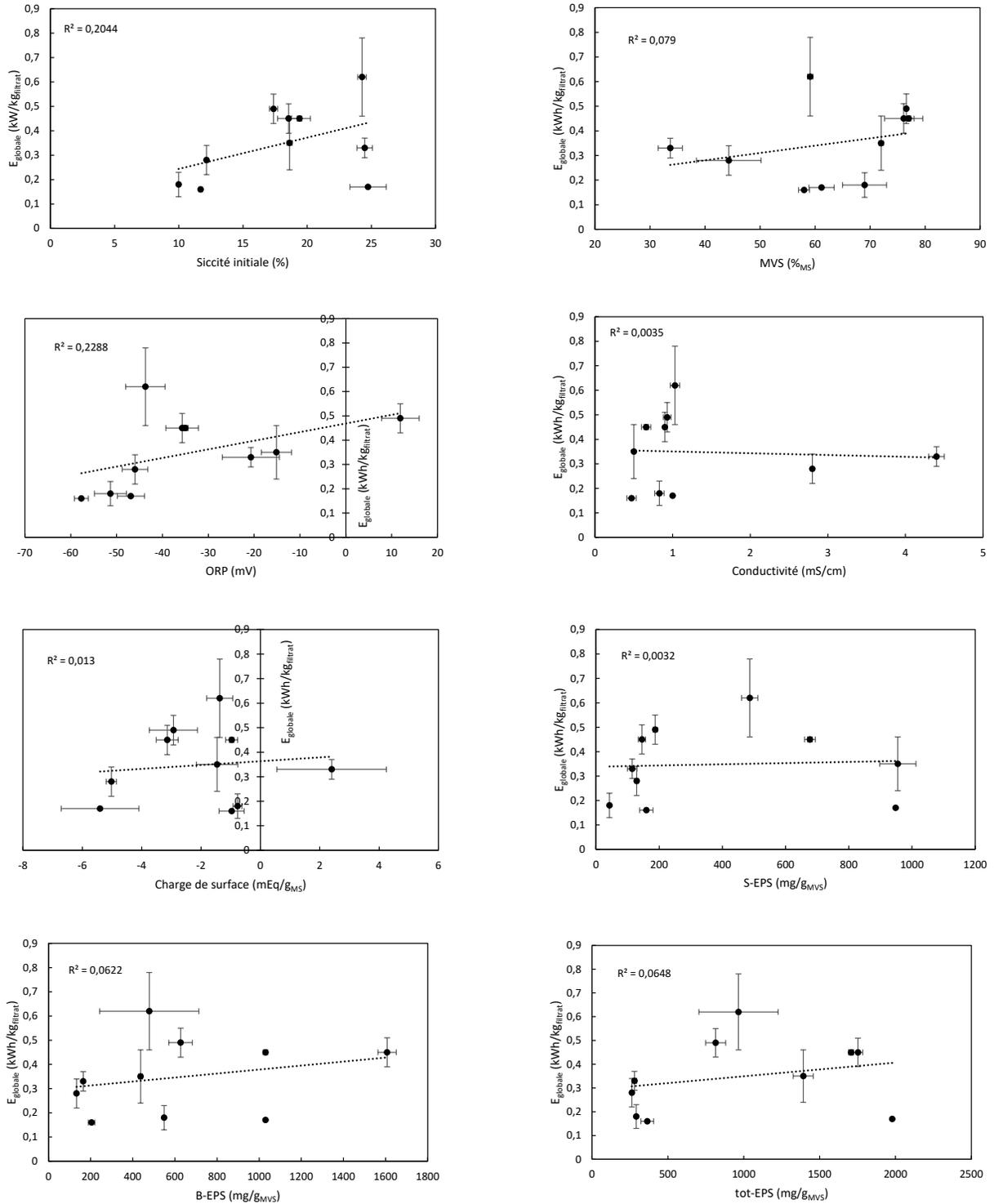


Figure III.6. Corrélations linéaires simples entre la consommation globale d'énergie et les paramètres physico-chimiques

D'après ces 3 figures, aucun des paramètres physico-chimiques étudiés ne semble, à lui seul, avoir un impact significatif sur les performances de l'EDW.

#### III.4.2. Régressions linéaires multivariées

Du fait de ces résultats peu probants et difficilement exploitables, nous avons choisi d'effectuer une analyse statistique multivariée, plus adaptée à l'observation et au traitement de systèmes à plusieurs variables, pour dégager des informations synthétiques. Il existe deux grandes familles d'analyses multivariées : (i) les méthodes descriptives qui permettent de structurer et résumer un ensemble de données ; (ii) les méthodes explicatives qui permettent de décrire une variable à expliquer par un ensemble de variables explicatives. Dans notre cas, nous souhaitons expliquer l'influence d'un ensemble de paramètres physico-chimiques sur le coefficient de cinétique de déshydratation, le gain de siccité et la consommation énergétique. Étant donné que nos variables sont quantitatives, nous nous positionnons dans le cas où un ensemble de tests de régressions linéaires et de corrélations peuvent être prévus. Par conséquent dans notre étude les variables quantitatives à expliquer sont : le coefficient de cinétique, le gain de siccité et la consommation énergétique ; et les variables quantitatives sont les différents paramètres physico-chimiques. Afin d'identifier les possibles corrélations linéaires entre les propriétés physico-chimiques et les indicateurs de performance du procédé, nous avons utilisé la corrélation de Pearson qui permet de lier l'intégralité des paramètres physico-chimiques avec les différents paramètres de performances ( $\Delta MS$ ,  $K_{I-EDW}$  et  $E_{globale}$ ) étudiés séparément. Les résultats sont présentés dans le Tableau III-6.

Tableau III-6. Coefficients de corrélation de Pearson (R) entre le gain de siccité, la cinétique de déshydratation, l'énergie consommée globale et les paramètres physico-chimiques ( $p < 0.05$ )

	$\Delta MS$	$K_{I-EDW}$	$E_{globale}$
<b>MS<sub>i</sub></b>	-0,228	0,73	0,452
<b>MVS</b>	-0,232	-0,015	0,281
<b>ORP</b>	-0,659	0,066	0,478
<b>Conductivité</b>	-0,217	-0,057	-0,059
<b>Charge de surface</b>	0,184	-0,11	0,114
<b>S-EPS</b>	0,094	0,660	0,057
<b>B-EPS</b>	-0,432	0,121	-0,249
<b>tot-EPS</b>	-0,239	0,498	0,254

L'analyse des données reportées dans le Tableau III-6 s'appuie sur le fait que plus la valeur absolue des coefficients de Pearson se rapproche de 1, meilleure est la corrélation entre les paramètres étudiés. Ainsi, pour la consommation d'énergie, aucun paramètre n'est réellement significatif. Pour le gain de siccité, seule la valeur mesurée du potentiel d'oxydo-réduction (ORP) des boues pourrait être corrélée mais l'interprétation d'une telle relation reste difficile. Pour ce qui concerne la cinétique d'électrodéshydratation, la siccité initiale et les EPS solubles semblent avoir un impact non négligeable.

Dans l'objectif d'avoir une relation mathématique linéaire entre les performances du procédé et les paramètres physico-chimiques étudiés, certains auteurs ont utilisé le modèle de régression linéaire multiple pour décrire cette relation :

$$Y = \sum_{G=0}^G X_G \cdot \beta_G + \varepsilon \text{ (Équation III.6)}$$

Avec  $Y$  la variable dépendante à expliquer (dans notre cas ce sera le coefficient de cinétique),  $X$  les variables explicatives indépendantes (dans notre cas les paramètres physico-chimiques),  $\beta$  le coefficient de régression et  $\varepsilon$  l'erreur aléatoire.

Les résultats des études ayant utilisé ce modèle sont résumés dans le Tableau III-7.

Tableau III-7. Bibliographie des équations obtenues à partir de tests de régression linéaire multivariable

Bai <i>et al.</i> , 2019	$MS_f = 0,2564 + 5,33.10^{-5}CE - 4,19.10^{-3}\zeta - 1,11.10^{-2}tot-EPS$ $MS_f = 0,3025 + 0,45.10^{-5}CE - 3,96. 10^{-4} \zeta - 4,19.10^{-3}PR-EPS - 1,37.10^{-2}PS-EPS + 3,53.10^{-3}ratio-EPS$ Avec $MS_f$ en %*100 , CE en $\mu S/cm$ , $\zeta$ en mV, Tot-EPS, PR-EPS, PS-EPS en mg/ $g_{MS}$ ,
Li <i>et al.</i> , 2020	$MS_f = 111,226 + 1,120CE - 1,698MVS - 0,205pH - 2,3.10^{-2}ORP + 5,2.10^{-3}SCOD$ Avec $MS_f$ en %*100, ORP en mV, MVS en % * 100, SCOD en g/ $kg_{MS}$ , CE en mS/cm
Wu <i>et al.</i> , 2020	$MS_f = 0,879 - 2,8.10^{-2}CE + 2.10^{-3} \zeta - 0,71MVS - 0,71pH$ $MS_f = 0,716 - 0,806MVS$ $E_{globale} = -0,01 + 3,9.10^{-2}CE - 3.10^{-3} \zeta - 8,0.10^{-2}MVS - 0,004pH$ $E_{globale} = -0,006 + 3,3.10^{-2}CE$ Avec $MS_f$ en %*100, $E_{globale}$ en kWh/ $kg_{filtrat}$ , ORP en mV, MVS en % * 100, $\zeta$ en mV, CE en mS/cm

On notera que les résultats de (Wu *et al.*, 2020) sur l'influence de la conductivité électrique par exemple sont opposés à ceux de (Li *et al.*, 2020) et (Bai *et al.*, 2019). Il est donc difficile de conclure des tendances à partir de ces données. De plus, l'utilisation de ces modèles statistiques reste limitée car ils ne sont valables que pour les boues utilisées et les liens statistiques ont peu de significations physiques, et les auteurs justifient assez peu les corrélations observées. Par exemple (Bai *et al.*, 2019) observent leur meilleure corrélation linéaire simple ( $R^2 = 0,925$ ) entre la siccité finale ( $MS_f$ ) et les MVS, mais ne trouvent aucune corrélation entre ces 2 données dans le modèle multivariable. De plus, ils observent que si le potentiel  $\zeta$  de la boue augmente, et la conductivité électrique diminue, la siccité finale diminue ce qui va à l'encontre des équations du modèle d'électroosmose.

On remarquera également que les auteurs ne donnent pas (ou de manière non précise) les résultats du test de Fisher pour la régression obtenue et les tests de Student pour chaque variable. En effet, même si le coefficient de régression  $R^2$  obtenu est élevé, si la valeur de la

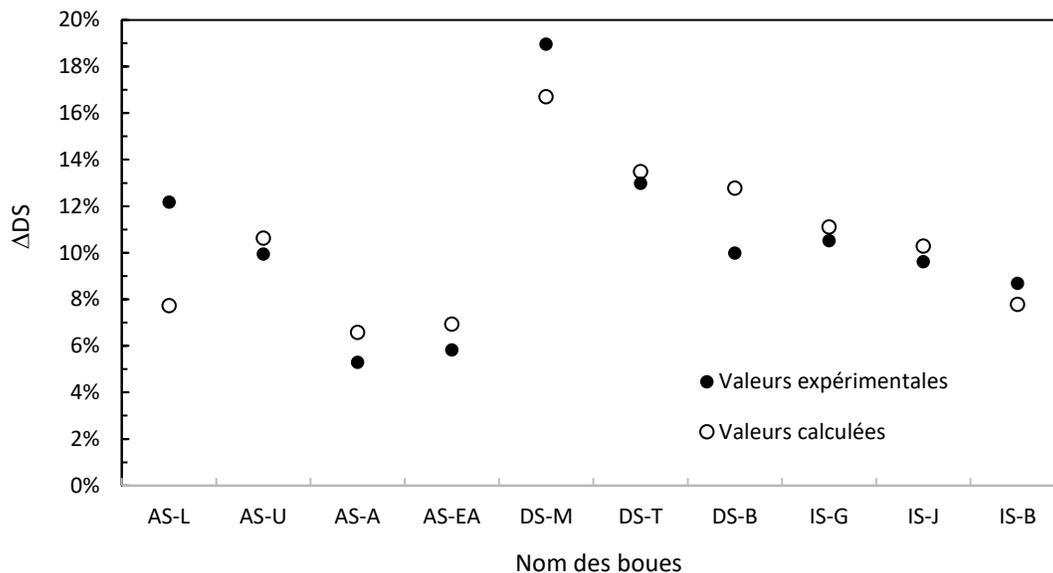
variable de Fisher F est en-dessous d'une valeur limite donnée, la régression linéaire trouvée est due au hasard et l'hypothèse la plus probable est que tous les coefficients  $\beta_G$  sont égaux à 0. De même, pour chaque coefficient trouvé, il faut vérifier que la variable de Student est bien supérieure à une valeur limite, sinon l'hypothèse la plus probable est que le coefficient  $\beta_G$  soit en réalité nul.

En appliquant la régression linéaire multivariable de l'utilitaire d'analyse d'Excel, à nos résultats, nous n'avons obtenu aucune régression multivariable significative (échec au test de Fisher ou échecs aux tests de Student) pour la cinétique ou la consommation d'énergie. Cependant, pour le gain de siccité et la siccité finale, nous obtenons les équations suivantes :

$$\Delta MS = -0,4359 - 0.4238MVS - 0,0490CE ; R^2 = 0,71 \text{ (Équation III.7)}$$

Avec  $R^2 = 0,71$  c'est-à-dire que 71% de la variation du gain de siccité peut être expliquée par ces 2 variables,  $\Delta MS$  en %,  $MVS$  en %MS et  $CE$  en mS/cm.

La comparaison entre les gains expérimentaux et les gains calculés à partir de l'équation ci-dessus est illustrée sur la Figure III.7.



*Figure III.7. Comparaison entre les valeurs expérimentales des gains de siccité mesurés sur les différentes boues avec les gains de siccités estimés par l'équation  $\Delta MS = -0,4359 - 0,4238MVS - 0,0490CE$  ;  $R^2 = 0,71$  (Équation III.7)*

A partir de cette équation, nous pouvons alors calculer la siccité finale :

$$MS_f = MS_i + \Delta MS = -0,4359 - 0,4238MVS - 0,0490CE + MS_i \text{ (Équation III.8)}$$

En faisant une régression linéaire multivariées sur ces 3 variables, nous obtenons bien une équation comparable :

$$MS_f = -0,444 - 0,4186MVS - 0,0478CE + 0,9375MS_i ; R^2 = 0,88 \text{ (Équation III.9)}$$

Avec  $R^2 = 0,88$ ,  $MS_f$ ,  $MS_i$  en %,  $MVS$  en %MS et  $CE$  en mS/cm.

Les autres variables n'ont pas d'effets statistiquement valables.

La comparaison entre les siccités finales mesurées et calculées par les 2 équations précédentes ( $MS_f = MS_i + \Delta MS = -0,4359 - 0,4238MVS - 0,0490CE + MS_i$  (Équation III.8 et  $MS_f = -0,444 - 0,4186MVS - 0,0478CE + 0,9375MS_i$  ;  $R^2 = 0,88$  (Équation III.9 est illustrée dans la Figure III.8.

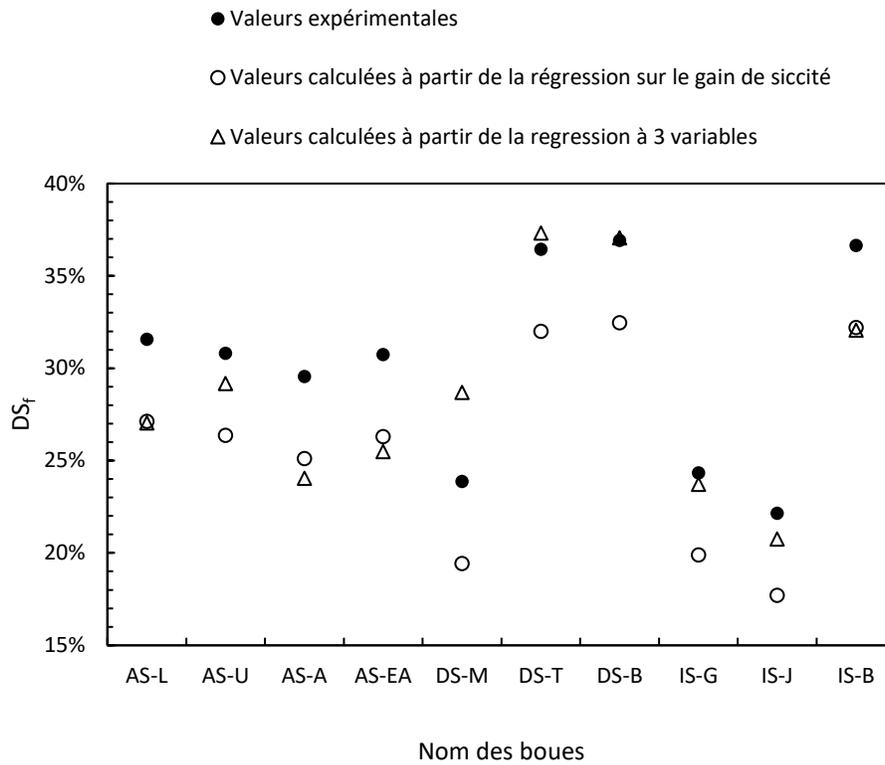


Figure III.8. Comparaison entre les valeurs expérimentales des siccités finales mesurées sur les différentes boues avec siccités finales estimées par les  $MS_f = MS_i + \Delta MS = -0,4359 - 0,4238MVS - 0,0490CE + MS_i$  (Équation III.8 et  $MS_f = -0,444 - 0,4186MVS - 0,0478CE + 0,9375MS_i$ ;  $R^2 = 0,88$  (Équation III.9

Nos résultats se rapprochent donc des observations de (Wu *et al.*, 2020) avec un impact comparable des matières volatiles (MVS) et de la conductivité électrique du liquide (CE) pour la siccité finale. Par contre, nous n'obtenons pas de régressions linéaires pour la consommation d'énergie ni pour la cinétique.

#### III.4.3.Approche combinant les différentes variables

Les modèles linéaires n'étant dans notre cas pas réellement satisfaisants, nous avons décidé de créer des indices combinant plusieurs variables chacune associée à un exposant pour tenir compte de leur influence respective.

### III.4.3.1. Etude sur le gain de siccité

Nous sommes repartis de nos premières observations à partir du tableau de résultats (Tableau III-4). Nous avons précédemment constaté que l'augmentation du taux de MVS et l'augmentation de la conductivité électrique semblaient défavorables à l'obtention d'un gain de siccité important. Ceci a été confirmé par la régression linéaire multivariées. En développant ce raisonnement, il semblait logique de supposer que plus ces valeurs (MVS et CE) seraient grandes, plus le gain de siccité tendrait vers 0 (c'est-à-dire que la boue ne pourrait pas être déshydratée par électrodéshydratation). Ainsi, nous avons défini un indice à partir de ces 2 paramètres tel qu'il soit nul pour un gain de siccité nul. Cet indice « I » est présenté par  $I = \frac{1}{MVS^{n_1} \times CE^{n_2}} =$

$MVS^{-n_1} \times CE^{-n_2}$  (Équation III.10 ci-dessous :

$$I = \frac{1}{MVS^{n_1} \times CE^{n_2}} = MVS^{-n_1} \times CE^{-n_2} \text{ (Équation III.10)}$$

Avec  $n_1$  et  $n_2$  des exposants caractéristiques (à déterminer).

Dès lors nous cherchons à établir une équation du type :

$$\Delta MS = \frac{k}{MVS^{n_1} \times CE^{n_2}} \text{ (Équation III.11)}$$

Avec k une constante caractéristique (à déterminer).

Pour identifier les trois constantes ( $n_1$ ,  $n_2$  et k), nous avons utilisé le solveur d'Excel avec une méthode d'optimisation non linéaire permettant de minimiser la variance entre les valeurs

expérimentales et les valeurs calculées avec  $\Delta MS = \frac{k}{MVS^{n_1} \times CE^{n_2}}$  (Équation III.11. Nous

avons, alors, obtenus  $n_1 = 2,2$  ;  $n_2 = 0,8$  et  $k=0,0331$ . Pour illustrer le résultat obtenu, nous avons

tracé le gain de siccité en fonction de l'indice calculé par  $I = \frac{1}{MVS^{n_1} \times CE^{n_2}} = MVS^{-n_1} \times$

$CE^{-n_2}$  (Équation III.10, représenté dans la Figure III.9.

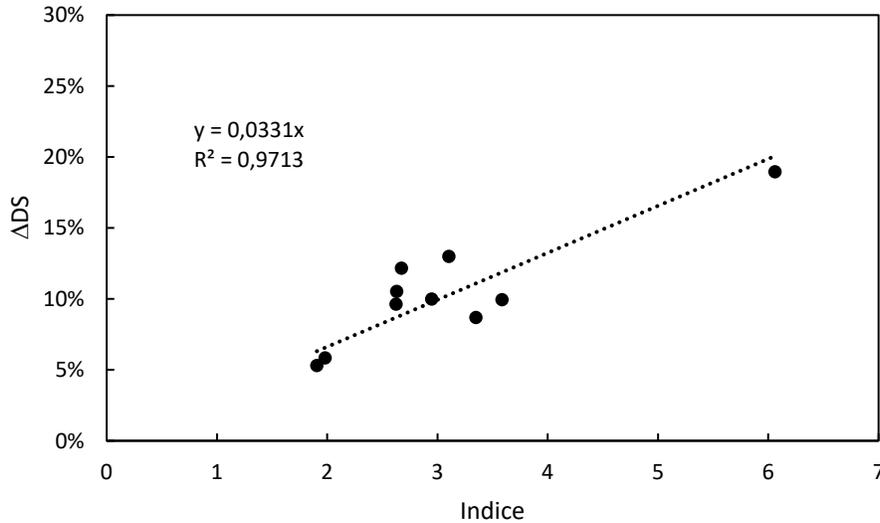


Figure III.9. Corrélation linéaire entre l'indice à 2 paramètres (MVS et CE) et le gain de siccité

Le coefficient de corrélation obtenu est élevé ( $R^2 = 0,97$ ), c'est-à-dire qu'à eux seuls les MVS et la CE expliquent en grande partie les gains de siccité obtenus. Pour calculer le gain de siccité en fonction des propriétés physico-chimiques de la boue, l' $\Delta MS = \frac{0,0331}{MVS^{2,2} \times CE^{0,8}}$  (Équation III.12) ci-dessous peut alors être proposée :

$$\Delta MS = \frac{0,0331}{MVS^{2,2} \times CE^{0,8}} \text{ (Équation III.12)}$$

Avec  $I = \frac{1}{MVS^{2,2} \times CE^{0,8}}$ , MVS les matières sèches volatiles en %MS et CE la conductivité électrique de la boue en mS/cm.

Cette équation semble confirmer le fait que plus les MVS et la conductivité électrique sont grandes moins la boue sera déshydratée par électrodéshydratation. Nous retrouvons l'impact des MVS et de la conductivité qu'avaient observé (Wu *et al.*, 2020). D'après l'équation caractérisant l'électro-osmose ( $u_{eo} = \frac{D\zeta}{\mu\lambda_b} \times j$  (Équation I.4 dans le paragraphe I.5.1.2), la conductivité électrique est défavorable à ce phénomène. En effet, si la conductivité électrique du liquide est élevée, la double couche électronique est comprimée, il y a moins d'eau disponible pour l'électro-osmose et il y a d'avantage d'ions au cœur de la solution. Or, plus il y a d'ions au cœur de la solution, plus le phénomène d'électromigration est important, ce qui allonge la durée

## Impact des propriétés physico-chimiques sur les performances du procédé d'électrodéshydratation

---

de la 1<sup>ère</sup> phase pendant laquelle aucun filtrat n'est collecté (Figure III.1). Les boues biologiques ayant un fort taux de MVS sont par nature plus difficiles à déshydrater mécaniquement, il semblerait que cela soit également le cas en électrodéshydratation. Aussi les boues digérées qui ont des taux généralement plus faibles de MVS devraient être plus faciles à déshydrater par électrodéshydratation. Mais ces boues ont généralement des conductivités électriques plus élevées, ce qui masque, dans une certaine mesure, l'impact des faibles teneurs en MVS.

Par ailleurs, en se basant sur l'indice  $I$ , il est également possible d'identifier les boues ayant une capacité de déshydratation par électrodéshydratation intéressante. En effet, d'après la Figure III.9:

- Si  $I < 2,5$ , la boue est peu adaptée pour l'électrodéshydratation
- Si  $2,5 < I < 4$ , la boue est moyennement adaptée pour l'électrodéshydratation
- Si  $I > 4$ , la boue est bien adaptée pour l'électrodéshydratation

Au final, cet indice défini à partir de deux mesures relativement simples à réaliser expérimentalement permet d'établir pour une boue donnée un « score » d'aptitude à l'électrodéshydratation.

Pour gagner en précision, nous avons défini un autre indice faisant intervenir l'ensemble des paramètres physico-chimiques mesurés. L' $\Delta MS = \frac{0,077}{MVS^{2,2} \times CE^{0,8} \times |CS|^{0,1} \times |ORP|^{0,2}}$  (Équation III.13 a alors été obtenue :

$$\Delta MS = \frac{0,077}{MVS^{2,2} \times CE^{0,8} \times |CS|^{0,1} \times |ORP|^{0,2}} \text{ (Équation III.13)}$$

Avec  $I = \frac{1}{MVS^{2,2} \times CE^{0,8} \times |CS|^{0,1} \times |ORP|^{0,2}}$ , MVS en %MS, CE en mS/cm, CS en mEq/g<sub>MS</sub> et ORP en mV.

La Figure III.10 illustre le résultat obtenu. Le coefficient de régression est significativement amélioré ( $R^2 = 0,98$ ).

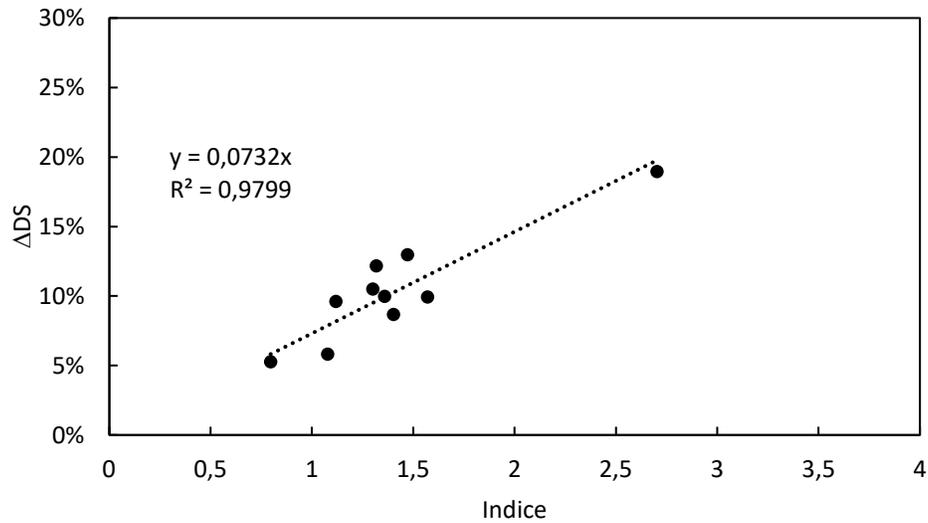


Figure III.10. Corrélation linéaire entre l'indice à 4 paramètres (MVS, CE, CS et ORP) et le gain de siccité

Les EPS totaux et la siccité initiale n'apparaissent pas dans notre nouvel indice, ils n'apportent aucune information supplémentaire dans la prédiction du gain de siccité et n'interviennent pas non plus dans le calcul du score « d'électrodéshydratabilité ». Par ailleurs, les charges de surface (CS) et le potentiel d'oxydo-réduction (ORP) ont une influence relativement faible (l'exposant étant égal, respectivement, à 0,1 et 0,2) par rapport au taux de matière volatile et à la conductivité électrique.

La comparaison entre les gains expérimentaux et les gains calculés à partir des  $\Delta MS = \frac{0,0331}{MVS^{2,2} \times CE^{0,8}}$  (Équation III.12 et  $\Delta MS = \frac{0,077}{MVS^{2,2} \times CE^{0,8} \times |CS|^{0,1} \times |ORP|^{0,2}}$  (Équation III.13, est illustrée sur la Figure III.11.

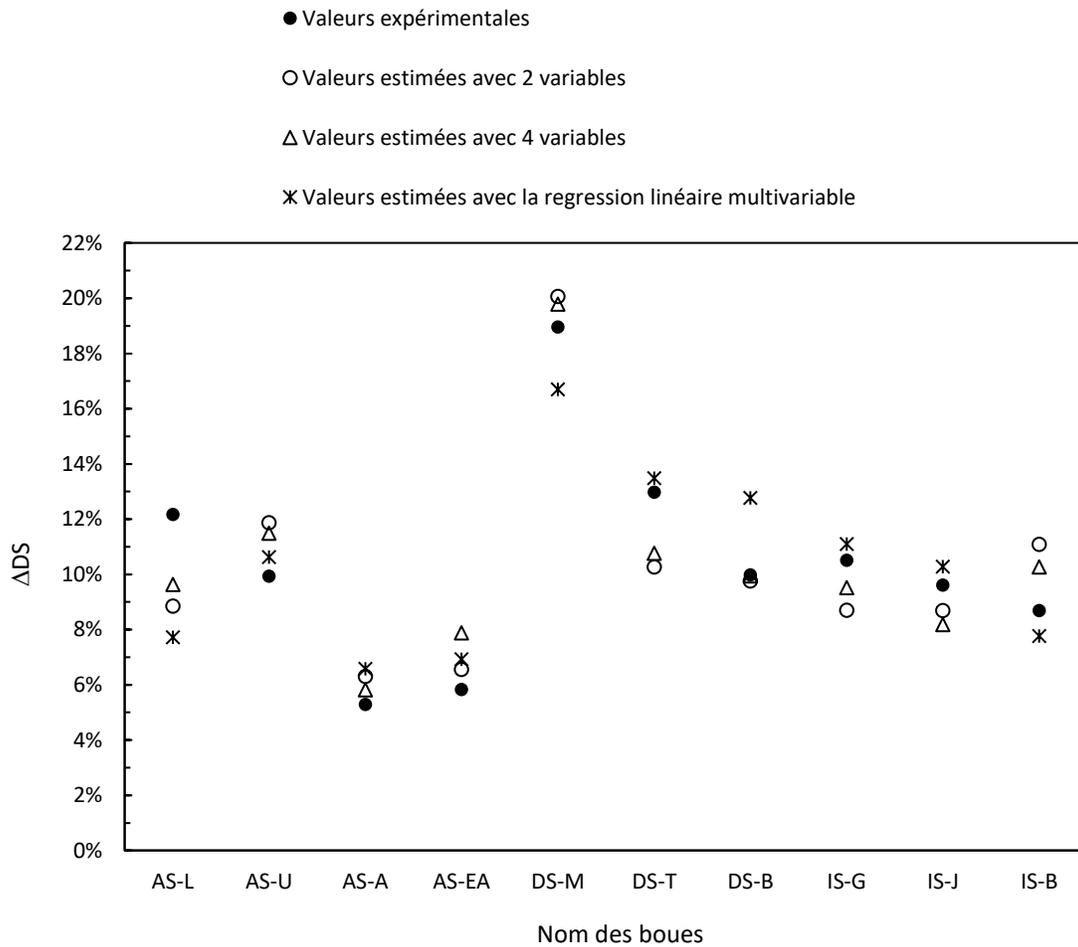


Figure III.11. Comparaison entre les valeurs expérimentales des gains de siccité mesurés sur les différentes boues avec les gains de siccités estimés par les  $\Delta MS = \frac{0,0331}{MVS^{2,2} \times CE^{0,8}}$  (Équation

$$III.12 \text{ et } \Delta MS = \frac{0,077}{MVS^{2,2} \times CE^{0,8} \times |CS|^{0,1} \times |ORP|^{0,2}} \text{ (Équation III.13)}$$

L'amélioration relative de la précision (erreur moyenne de 14,4%, erreur maximale de 26,2%) de la corrélation avec 4 variables ne justifie pas la complexité plus grande de ce second indice qui nécessite 4 mesures expérimentales à réaliser. L'indice à 2 paramètres semble donc le plus pertinent (erreur moyenne de 16,2%, erreur maximale de 27,6%).

#### III.4.3.2. Etude sur la cinétique d'électrodéshydratation

Pour la constante de cinétique,  $K_{I-EDW}$ , la même démarche a été effectuée. D'après les régressions linéaires simples, la siccité initiale semblait avoir un impact : plus la siccité initiale est élevée, plus

la cinétique est rapide. Le test de Pearson confirmait cet impact ainsi que celui des EPS solubles. Aussi, un indice basé sur ces 2 paramètres a été défini sous la forme suivante :

$$I = DS_i^{n_1} \times (S - EPS)^{n_2} \text{ (Équation III.14)}$$

Les valeurs de  $n_1$  et  $n_2$  qui permettent d'obtenir la meilleure corrélation avec la cinétique sont respectivement 0,9 et 0,3. Ainsi :

$$I = DS_i^{0,9} \times (S - EPS)^{0,3} \text{ (Équation III.15)}$$

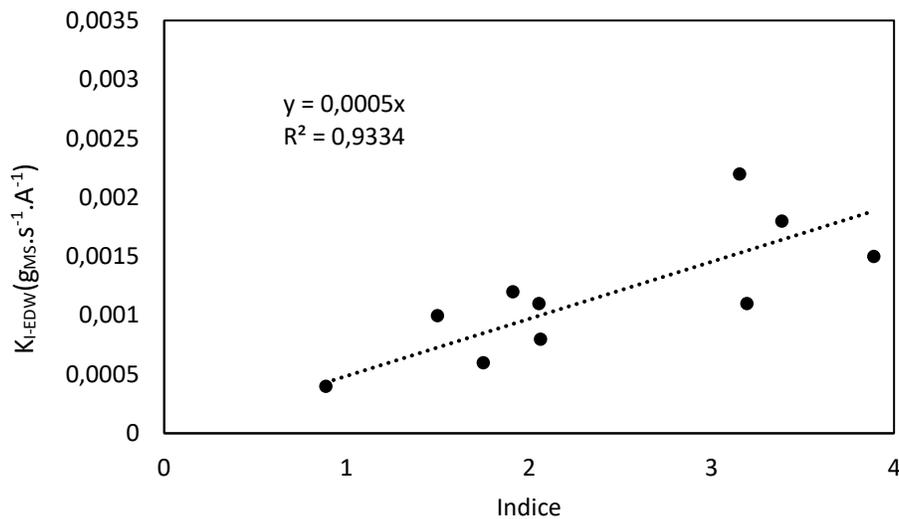


Figure III.12. Corrélation linéaire entre l'indice à 2 paramètres ( $MS_i$ ,  $S-EPS$ ) et la cinétique de l'électrodéshydratation

$$K_{I-EDW} = 0,00049 \times DS_i^{0,5} \times (S - EPS)^{0,3} \text{ (Équation III.16)}$$

Avec

Dans

La

La comparaison entre la constante de cinétique expérimentale et la constante de cinétique

c

a

l

c

u

l

é

e

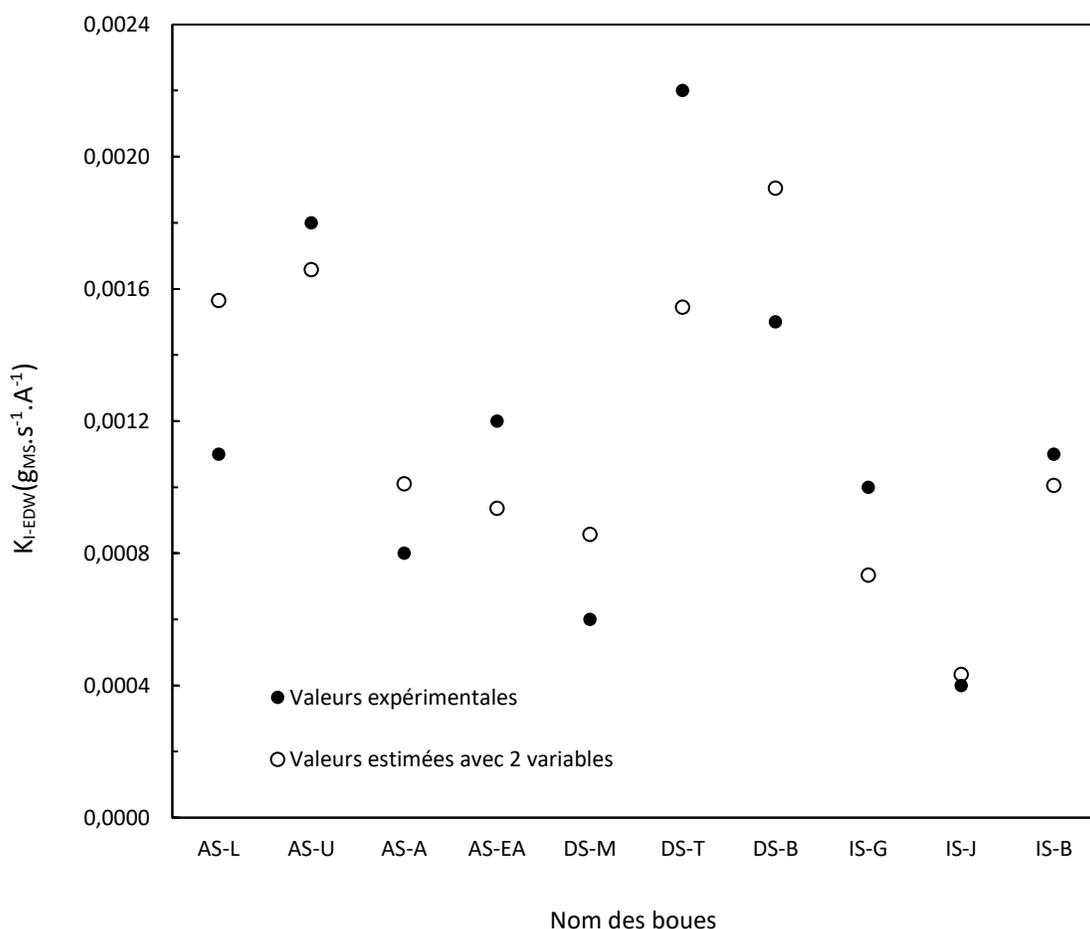


Figure III.13. Comparaison entre les valeurs expérimentales des constantes de cinétique mesurées sur les différentes boues avec les constantes de cinétique estimées par l'équation  $K_{I-EDW} = 0,00049 \times DS_i^{0,5} \times (S - EPS)^{0,3}$  (Équation III.16)

D'après la Figure III.13, la qualité de l'estimation de la cinétique par l'équation III-16 n'est pas excellente, l'erreur moyenne sur l'ensemble des points est de 24,2% et l'erreur maximale observée est de 42,8%.

#### III.4.3.3. Etude sur la consommation globale d'énergie

Comme mentionné précédemment (dans les parties III.4.1 et III.4.2), les corrélations linéaires simples et le test de Pearson n'ont pas fait apparaître de tendances significatives. Cependant, certaines études précédemment menées au laboratoire ont montré que la consommation

globale d'énergie dépendait fortement de la siccité initiale (Olivier *et al.*, 2014). A faible siccité, les quantités d'eau sont importantes et plus faciles à extraire, la consommation énergétique est alors faible. Au fur et à mesure que la déshydratation augmente, les quantités d'eau extraites diminuent et nécessitent de plus grandes quantités d'énergie. La consommation globale d'énergie étant calculée sur l'ensemble du filtrat collecté, plus la siccité initiale est basse plus la consommation d'énergie globale sera faible pour une même siccité atteinte. La Figure III.14 illustre grossièrement ce phénomène pour les 10 boues étudiées avec un indice permettant d'évaluer la consommation globale d'énergie qui est défini comme :

$$Indice = MS_i^{0,6} \text{ (Équation III.17)}$$

Avec  $MS_i$  en %

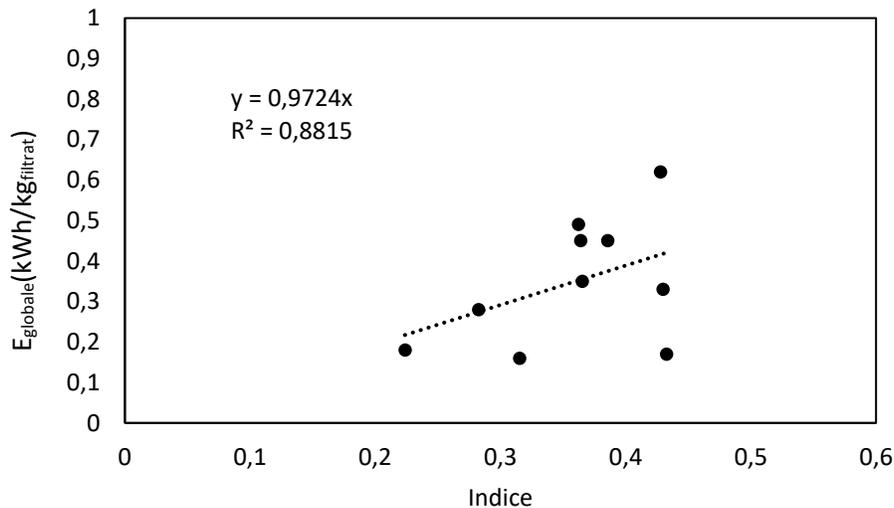


Figure III.14. Corrélation linéaire entre l'indice d'évaluation de la consommation énergétique à 1 paramètres ( $MS_i$ ) et la consommation globale d'énergie

Cette Figure III.14 illustre également que la précision n'est pas assez importante. En combinant les différents paramètres physico-chimiques, une meilleure corrélation peut être obtenue pour définir l'indice d'évaluation de la consommation énergétique :

$$Indice = \frac{MS_i \times MVS^{2,6} \times CE}{|CS|^{0,5}} \text{ (Équation III.18)}$$

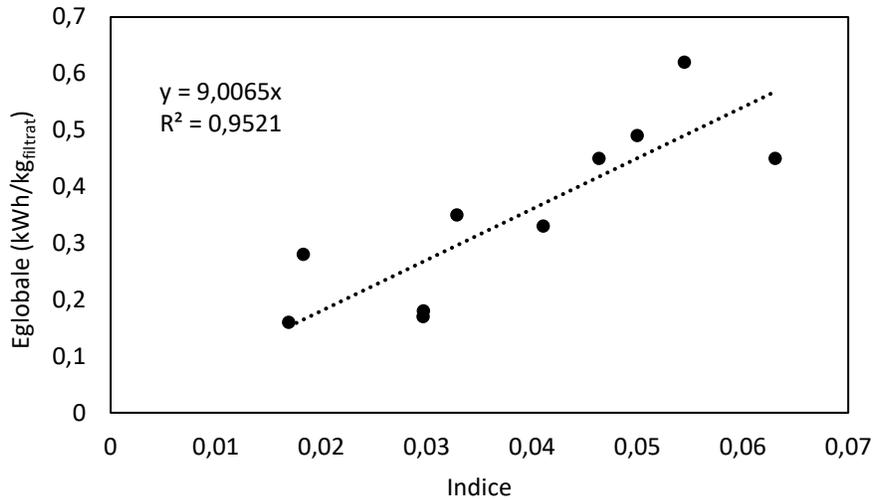


Figure III.15. Corrélation linéaire entre l'indice d'évaluation de consommation énergétique à 4 paramètres ( $MS_i$ ,  $MVS$ ,  $CE$ ,  $CS$ ) et la consommation globale d'énergie

L' $E_{globale} = 9,0065 \times \frac{MS_i \times MVS^{2,6} \times CE}{|CS|^{0,5}}$  (Équation III.19 suivante peut alors être retenue :

$$E_{globale} = 9,0065 \times \frac{MS_i \times MVS^{2,6} \times CE}{|CS|^{0,5}} \text{ (Équation III.19)}$$

Avec  $E_{globale}$  en kWh/kg filtrat,  $MS_i$  en %,  $MVS$  en %MS,  $CE$  en mS/cm et  $CS$  en mEq/g<sub>MS</sub>

La comparaison entre la consommation énergétique globale expérimentale et la consommation énergétique calculée à partir de l' $E_{globale} = 9,0065 \times \frac{MS_i \times MVS^{2,6} \times CE}{|CS|^{0,5}}$  (Équation III.19 est illustrée dans la Figure III.16. L'erreur moyenne sur l'ensemble des points est de 24,2% et l'erreur maximale observée est de 57%. La qualité de l'estimation est donc très moyenne.

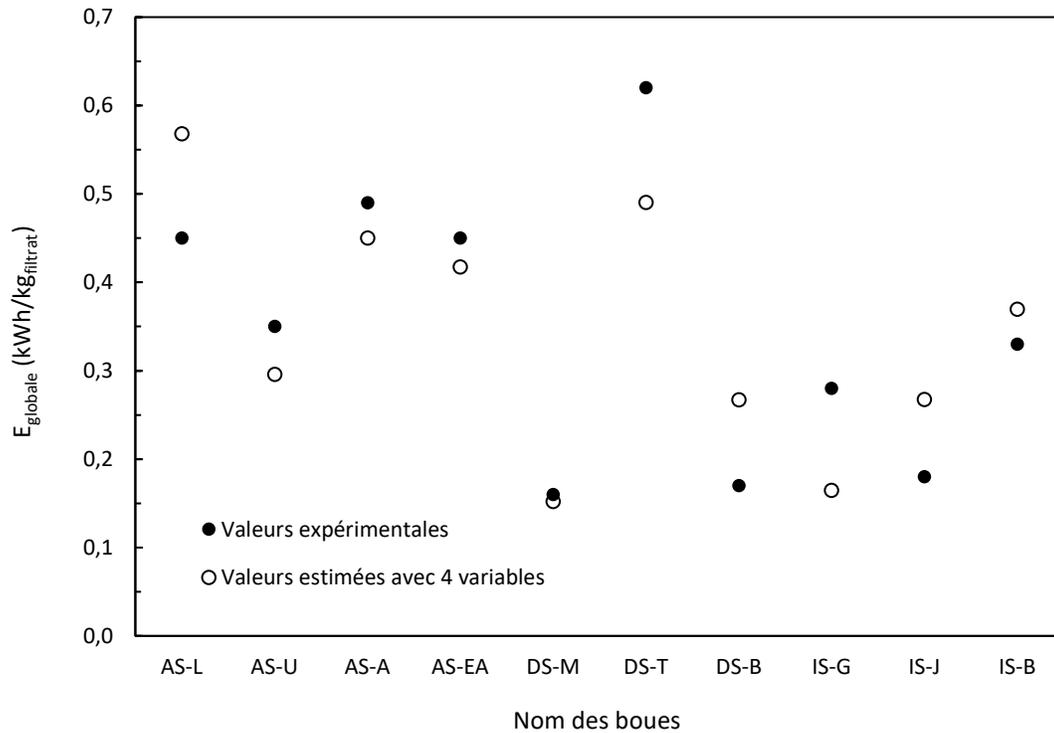


Figure III.16. Comparaison entre les valeurs expérimentales des constantes de cinétique mesurées sur les différentes boues avec les constantes de cinétique estimées par l' $E_{globale} = 9,0065 \times \frac{MS_i \times MVS^{2,6} \times CE}{|CS|^{0,5}}$  (Équation III.19)

Dans la littérature, très peu d'études s'attachent à évaluer l'impact des propriétés physico-chimiques des boues sur la consommation énergétique nécessaire à leur électrodéshydratation. Néanmoins, l'analyse des résultats de (Visigalli *et al.*, 2017a) établit une forte corrélation entre consommation d'énergie et la siccité de la boue après compression mécanique (comparable à nos résultats) ; plus la siccité initiale à l'issue de la déshydratation mécanique est élevée, plus la consommation d'énergie est importante. De plus, cette corrélation indique que plus les MVS et la conductivité électrique (CE) sont importantes, plus la consommation d'énergie est grande. Or, précédemment, nous avons observé que le gain de siccité dépendait fortement des MVS et de CE. Plus le gain de siccité est faible (pour un fort taux de MVS ou une conductivité électrique élevée), moins le procédé permet de récupérer de filtrat. Comme la consommation d'énergie est divisée par la quantité de filtrat récupéré, il est évident qu'un fort taux de MVS et une conductivité électrique élevée augmentent la consommation d'énergie. Ces résultats sur les MVS

confirment l'étude de (Wu *et al.*, 2020) sur des boues sédimentaires mais est contraire à leur analyse par régression linéaire multivariées sur l'ensemble de leurs boues. Ces résultats confirment aussi l'étude de (Wu *et al.*, 2020) sur l'impact de la conductivité électrique du liquide. Enfin plus la valeur absolue de la charge de surface est élevée, plus la consommation d'énergie est faible d'après la relation établie par  $E_{globale} = 9,0065 \times \frac{MS_i \times MVS^{2,6} \times CE}{|CS|^{0,5}}$  (Équation III.19. Or plus la charge de surface est grande, plus il y a d'ions piégés dans la double couche électronique. Ce sont ces ions qui misent en mouvement par le champ électrique entraînent des molécules d'eau (phénomène d'électro-osmose) et l'extraction du filtrat.

Notre

### III.5.Conclusion

Dans

Dans

## Références

Bai,  
Cao,  
Citeau,  
Hu  
Li,  
Lv  
Mahmoud,  
Mahmoud,  
Mahmoud,  
Navab-  
Olivier,  
Olivier,  
Sha,

Tuan,

Tuan,

Visigalli,

Visigalli,

Visigalli

Wu,

Xiao

Xue,

Xue,

Zhang,

## Chapitre IV. Impact de la conductivité électrique des boues sur les performances de l'électrodéshydratation

### IV.1.Introduction

Dans

- L'électro-osmose, due au déplacement vers les électrodes de certains ions présents dans la couche diffuse de la double couche électronique. C'est ce phénomène qui est le principal responsable de l'électrodéshydratation des boues.
- L'électrophorèse, qui correspond au déplacement des particules solides chargées vers les électrodes de signe opposé, phénomène négligé dans notre étude.
- L'électromigration, qui caractérise la migration des ions au sein de la solution vers l'anode et la cathode (en fonction de leur charge). En supposant les mobilités des anions et des cations similaires, ce phénomène n'engendre pas l'extraction de filtrat supplémentaire.

D'après l'équation  $Q_{eo} = \frac{D\zeta}{\mu\lambda_b} \times j$  (Équation I.4 dans le Chapitre I, le débit liquide d'électro-osmose dans

u

n

$$Q_{eo} = \frac{\varepsilon D \zeta}{\mu} \times \frac{I}{\lambda_b} \text{ (Équation IV.1)}$$

Avec  $Q_{eo}$  le débit d'électro-osmose ( $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ ),  $\varepsilon$  la porosité du gâteau,  $D$  la constante diélectrique du liquide interstitiel ( $\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$ ) supposée constante (Li *et al.*, 2020),  $\zeta$  le potentiel zéta des particules solides de la boue (V),  $\mu$  la viscosité de la phase liquide de la boue (Pa.s),  $I$  l'intensité électrique (A) et  $\lambda_b$  la conductivité électrique spécifique de la boue ( $\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$ ) (avec  $\lambda_b = 1/\rho_b$  où  $\rho_b$  est la résistivité électrique de la boue ( $\Omega \cdot \text{m}$ )).

u

La boue étant un matériau complexe diphasique, la conductivité spécifique de cette dernière ( $\lambda_b$ ) dépend de la conductivité de la phase liquide  $\lambda_L$  et de la conductivité de la phase solide  $\lambda_S$ .

(Mahmoud *et al.*, 2010) présentent plusieurs équations permettant de calculer  $\lambda_b$ , et notamment

p

le « porous plug » modèle. Dans ce modèle, la conductivité de la boue correspond la somme de

o

r

e

u

trois contributions : la conductivité de la phase liquide, la conductivité de la phase solide et la conductivité d'un milieu diphasique fait d'une succession de couches solides et de couches liquides. La conductivité de la boue est alors calculée de la manière suivante :

$$\lambda_b = c\lambda_L + b\lambda_S + a \frac{\lambda_S \lambda_L}{d\lambda_L + e\lambda_S} \text{ (Équation IV.2)}$$

Avec

L'analyse de la bibliographie relative à l'électrodéshydratation des boues montre que de nombreux travaux tentent d'expliquer les résultats obtenus à l'échelle macroscopique en se

b

a

s

a

n

t

L

a

u

n

d

i

e

d

e

e

c

o

r

c

u

f

o

e

s

En compression, la porosité globale moyenne du gâteau évolue au cours de l'opération. Elle peut

$$\varepsilon = \frac{V_L}{V_L + V_S} = \frac{m_L / \rho_{mL}}{m_L / \rho_{mL} + m_S / \rho_{mS}} = \frac{m_{tot} \times (1-S) / \rho_L}{m_{tot} \times (1-S) / \rho_{mL} + m_{tot} \times S / \rho_{mS}} = \frac{\rho_{mS} \times (1-S)}{\rho_{mS} \times (1-S) + \rho_{mL} \times S} \text{ (Équation IV.3)}$$

Avec  $\varepsilon$  la porosité du gâteau,  $V_L$  le volume occupé par le liquide dans la boue ( $m^3$ ),  $V_S$  le volume occupé par le solide dans la boue ( $m^3$ ),  $m_L$  la masse de la phase liquide dans la boue (kg),  $\rho_{mL}$  la masse volumique de la phase liquide de la boue ( $kg.m^{-3}$ ),  $m_S$  la masse des particules solide dans la boue (kg),  $\rho_{mS}$  la masse volumique de la phase solide de la boue ( $kg.m^{-3}$ ) et  $m_{tot}$  la masse de la boue humide ( $=m_L + m_S$ ) (kg).

Cette fonction 
$$\varepsilon = \frac{V_L}{V_L + V_S} = \frac{m_L / \rho_{mL}}{m_L / \rho_{mL} + m_S / \rho_{mS}} = \frac{m_{tot} \times (1-S) / \rho_L}{m_{tot} \times (1-S) / \rho_{mL} + m_{tot} \times S / \rho_{mS}} = \frac{\rho_{mS} \times (1-S)}{\rho_{mS} \times (1-S) + \rho_{mL} \times S}$$

(Équation IV.3) est monotone, ainsi si la siccité augmente (suite au départ du filtrat), la porosité globale moyenne du gâteau diminue entraînant, d'après  $Q_{eo} = \frac{\varepsilon D \zeta}{\mu} \times \frac{I}{\lambda_b}$  (Équation IV.1, une diminution du débit d'électro-osmose au cours du temps. De plus, dans de nombreux dispositifs expérimentaux décrits dans la littérature l'anode est placée sous un piston et la cathode sous le média filtrant (c'est le cas dans notre étude également), et le filtrat se déplace alors de l'anode vers la cathode en induisant un gradient de siccité sur l'épaisseur du gâteau entre ces deux électrodes. Le gradient de siccité (et donc de porosité) observé en électrodéshydratation est différent de celui résultant d'une compression uniquement mécanique (Rao *et al.*, 2021). Il augmente au cours du temps avec une siccité dans les couches de gâteau proches de l'anode bien supérieure à celle des couches proches de la cathode (Deng *et al.*, 2020), (Citeau *et al.*, 2012a; Guo *et al.*, 2017; Lv *et al.*, 2018; Navab-Daneshmand *et al.*, 2015; Tuan and Sillanpää, 2010a, 2010b; Wei *et al.*, 2020; Weng *et al.*, 2013; Xiao *et al.*, 2017; Yu *et al.*, 2017; Zhang *et al.*, 2017), à l'exception de la couche très fine (environ 0,15 mm) directement en contact avec la surface filtrante qui d'après (Rao *et al.*, 2021) aurait une siccité comparable avec celle des couches au contact de l'anode. Ces gradients de siccité (et donc de porosité) observés dans le gâteau discréditent l'hypothèse d'un débit d'électro-osmose homogène à travers l'épaisseur de la boue. Il est donc difficile d'analyser le débit de filtrat récupéré sur la base de  $Q_{eo} = \frac{\varepsilon D \zeta}{\mu} \times \frac{I}{\lambda_b}$  (Équation IV.1 sans faire une intégration mathématique sur l'épaisseur du gâteau. Cette intégration reste néanmoins difficile à réaliser car elle nécessite de savoir décrire les variations spatio-temporelles des propriétés physico-chimiques liées au gâteau en exprimant notamment les fonctions  $\zeta(z,t)$ ,  $\lambda_b(z,t)$ ,  $\mu(z,t)$ ... (avec z la position dans l'épaisseur du gâteau vis-à-vis de la cathode), fonctions qui sont très difficiles à établir.

En

Toutes ces variations du potentiel zéta à travers le gâteau au cours de l'électrodéshydratation

r  
e  
n  
d  
e  
n

notamment que le taux de déshydratation n'est pas identique dans les différentes couches du gâteau. (Yang *et al.*, 2011) observent que la couche de boue près de la cathode se comprime plus rapidement au début du procédé (du fait du départ du filtrat). Puis la déshydratation de la couche proche de l'anode s'accélère tandis que celle de la couche proche de la cathode ralentit en raison du flux d'électro-osmose arrivant des couches supérieures.

U

n

d

e

u

x

i

è

m

e

a

s

p

e

c

t  
U

n

q

u

t

i

r

o

|

i

s

m

i

è

t

- La composition globale de la boue est modifiée. En effet, la demande chimique en oxygène totale (DCOT) et la concentration en sucres totaux baissent dans le gâteau (Li *et al.*, 2018).
- La composition du liquide varie. Par exemple la demande chimique en oxygène soluble (DCOS) et la concentration en sucres solubles, augmentent, tout comme le ratio C/N soluble (Li *et al.*, 2018). Ces observations peuvent être complétées par des études réalisées sur le filtrat qui montrent une augmentation du carbone organique total (COT) (Feng *et al.*, 2014; Tuan *et al.*, 2010a), de la demande chimique en oxygène totale et soluble (Feng *et al.*, 2014). Le ratio DCOS/DCOT décroît également dans le filtrat (Feng *et al.*, 2014).
- La composition du solide évolue également. La fraction en matières volatiles (MVS) augmente du côté de l'anode et diminue du côté de la cathode (Deng *et al.*, 2020) Sur la globalité du gâteau la fraction en MVS aurait plutôt tendance à diminuer car une petite partie des matières volatiles serait hydrolysable (Chen *et al.*, 2011).

#### L'évolution

Par

Enfin,

Au regard de toutes ces données bibliographiques qui montrent en partie les limites de l'utilisation directe et globale de  $\lambda b = c\lambda_L + b\lambda_S + a \frac{\lambda_S \lambda_L}{d\lambda_L + e\lambda_S}$  (Équation IV.2 pour décrire l'électrodéshydratation des boues résiduaire, notre travail a été engagé dans le but d'étudier plus précisément le rôle de la conductivité électrique (un des paramètres de  $\lambda b = c\lambda_L + b\lambda_S + a \frac{\lambda_S \lambda_L}{d\lambda_L + e\lambda_S}$  (Équation IV.2) en proposant, sur la base d'essais réalisés à intensité constante, une approche macroscopique de l'impact de cette conductivité sur les trois principaux critères de performances du procédé d'électrodéshydratation, à savoir:

- La cinétique d'électrodéshydratation ;
- Le taux de déshydratation ;
- La consommation énergétique.

Dans cette approche, la consommation énergétique sera caractérisée par la quantité d'énergie dépensée par kilogramme de filtrat récupéré pour passer de la siccité initiale  $DS_0$  (à  $t = 0$ ) à la siccité  $DS$  au temps  $t$ , ce qui peut s'écrire :

$$E_{DS_0 \rightarrow DS(t)} = \frac{U \times I \times t}{m_f} = \frac{U \times I}{Q_{f, moyen}} \quad (\text{Équation IV.4})$$

Avec

En fonctionnement à intensité constante, d'après la loi d'ohm ( $U = R_{boue} \times I$ ) et en supposant que

l

e

$$E_{DS_0 \rightarrow DS(t)} = \frac{R_{boue} \times I^2}{\frac{\varepsilon D \zeta}{\mu} \times \frac{I}{\lambda_b}} = \frac{\mu}{D} \times \frac{1}{\varepsilon \zeta} \times R_{boue} \times \lambda_b \times I \quad (\text{Équation IV.5})$$

d

Or d'après l' $R_{boue} = \frac{L}{\lambda_b \times A}$  (Équation I.11, il vient :

e

b

i

t

l

h

e

Il a été choisi de faire deux études, sur les boues déshydratées mécaniquement (par centrifugation) à la STEP de Pau-Lescar AS-L, en modifiant d'abord la conductivité de la phase liquide (par ajout d'une solution saline de NaCl) puis en modifiant la conductivité électrique de la phase solide par ajout d'une poudre de graphite.

t

Pour modifier la conductivité de la phase liquide, quelques millilitres d'une solution saline (eau distillée + NaCl) ont été mélangés à la boue déshydratée. La même quantité de liquide a été ajoutée (avec des concentrations en sel différentes) afin de partir d'une siccité initiale identique pour tous les essais. La conductivité de la phase liquide a alors été mesurée comme indiqué dans la II.2.2 du Chapitre II.

Pour modifier la conductivité de la phase solide, de la poudre de graphite (matériau conducteur)

a été ajoutée et mélangée à la boue déshydratée comme indiqué dans la partie II.6. La quantité

φ

e

á

de graphite ajoutée est présentée en % de matières sèches (%MS) contenues initialement dans la boue. Le graphite a été choisi à la place de poudres de métaux (fer, cuivre...) pour éviter le passage en solution d'ions métalliques qui auraient certainement conduit à une variation significative de la conductivité liquide et modifié éventuellement les propriétés de coagulation de la boue et de fait de la structure du gâteau. Il est à noter que la conductivité électrique de la phase solide n'a pas pu être mesurée.

#### IV.2. Impact de la modification de la conductivité électrique sur les propriétés physico-chimiques de la boue

La boue est un milieu complexe dans lequel de nombreux phénomènes sont interdépendants, ainsi l'ajout de sel augmente la conductivité électrique de la phase liquide mais il peut également modifier des équilibres chimiques et la structure de la boue. Des mesures annexes ont donc été réalisées sur la boue pour mesurer l'ampleur de ces éventuelles modifications afin d'en tenir compte lors de l'analyse des résultats. Une démarche similaire a également été appliquée pour les tests avec le graphite, afin d'évaluer l'impact de son ajout sur la conductivité de la phase liquide.

##### IV.2.1. Impact de l'ajout de sel sur les propriétés physico-chimiques de la boue

###### *IV.2.1.1. Impact de l'ajout de sel sur la déshydratabilité de la boue*

D'après (Raynaud *et al.*, 2012), l'ajout de NaCl lors d'essais de filtration-compression (sans champ électrique) ralentit la cinétique de filtration des boues mais permet une augmentation de la siccité finale. Ce comportement est remis en cause par (Li *et al.*, 2021), qui observent plutôt une diminution de la résistance spécifique à la filtration avec l'ajout de cations ( $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ). Cette diminution est d'autant plus marquée que la valence des ions est élevée. Quoiqu'il en soit, l'ajout de NaCl semble modifier la déshydratabilité de la boue et par conséquent devrait modifier les performances d'électrodéshydratation. Pour clarifier cet aspect, des essais de filtration-compression à 5 bars ont été réalisés, avec ou sans ajout de sels, sur des boues liquides extraites au soutirage d'un clarificateur de la STEP de Pau-Lescar. La modification de la conductivité liquide a été réalisée par ajout d'une solution saline (eau distillée + NaCl). La boue a, ensuite, été floculée avec un polymère cationique issu de la STEP Pau-Lescar, et déshydratée dans une cellule de

filtration-compression de laboratoire. Les résultats alors obtenus (Figure IV.1) montrent qu'une augmentation de la conductivité liquide dégrade la déshydratabilité de la boue étudiée :

- en termes de cinétique de filtration (Figure IV.1.a.), avec la pente de la partie linéaire des courbes  $t/m_f$  en fonction de la masse de filtrat ( $m_f$ ) qui augmente avec la conductivité du liquide ;
- en termes de de siccité finale (Figure IV.1.b.).

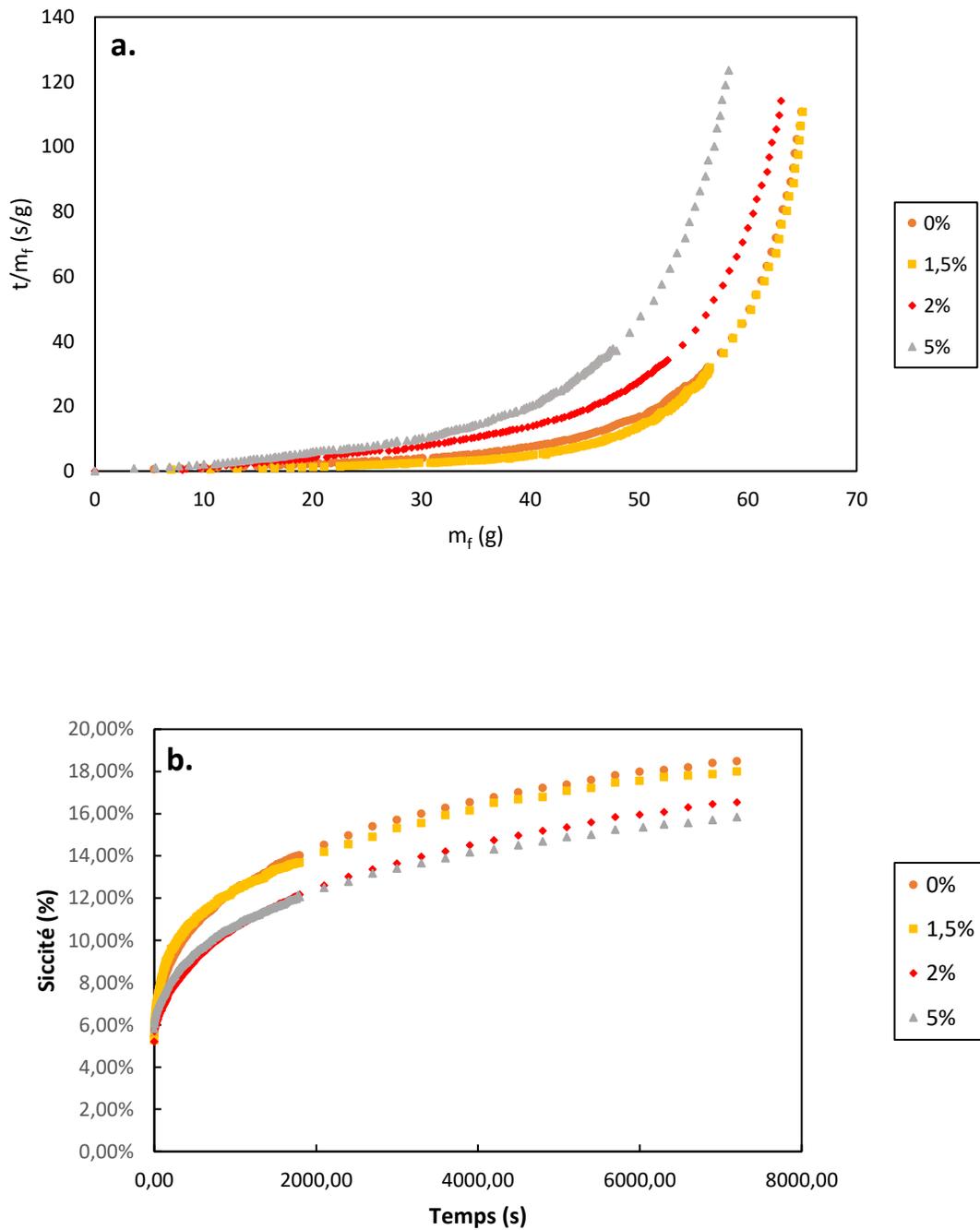


Figure IV.1. Evolution de : a.  $t/m_f = f(m_f)$ , et b. la siccité au cours du temps lors des essais de filtration-compression à 5 bars pour la boue modifiée avec NaCl

De plus, un taux de consolidation peut être calculé, durant la phase de compression. Il correspond à la partie non linéaire des courbes de la Figure IV.1.a. et permet d'évaluer, grâce à l' $U_c = \frac{L_i - L_t}{L_i - L_f}$

(Équation IV.7, le degré de consolidation de la boue sous une pression appliquée :

$$U_c = \frac{L_i - L_t}{L_i - L_f} \text{ (Équation IV.7)}$$

Avec

$L_a$

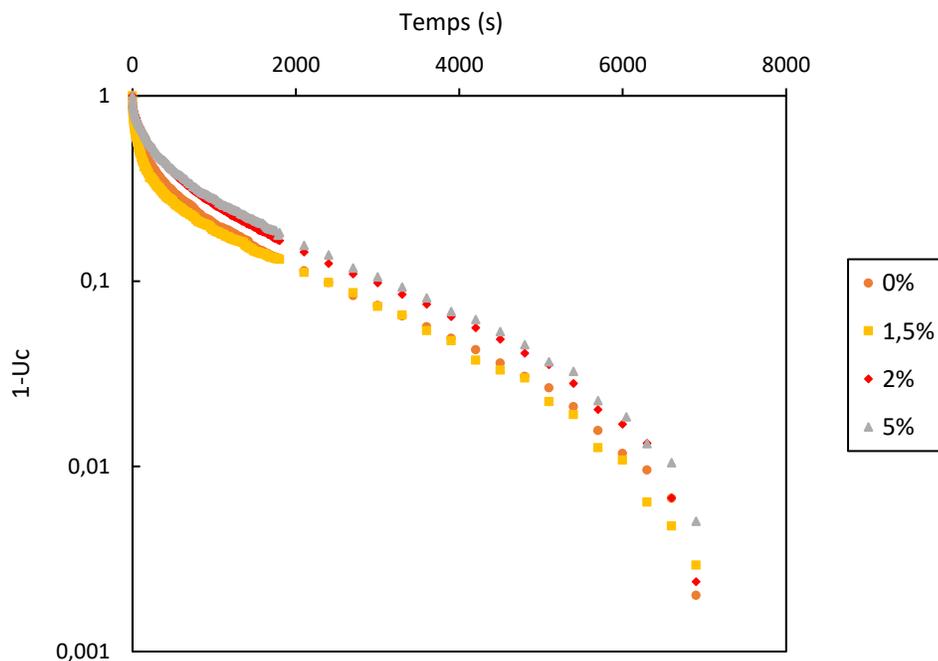


Figure  
Au

#### IV.2.1.2. Impact de de l'ajout de sel sur la conductivité, les EPS et la charge de surface

Notre protocole permet de partir d'une siccité initiale à peu près identique pour chaque essai. Les résultats présentés dans le Tableau IV-1 montrent de façon assez attendue que l'ajout de sel ne modifie pas significativement le pH, ni la teneur en matière volatile. En revanche, l'ajout de

s  
e  
l  
  
a  
u

Tableau

Paramètres	Boue	Boues	Boues	Boues	Effet
Siccité	17,9%	16,6%	16,7%	18,2%	Peu
pH	6,9	7,3	7,6	6,9	
Matières	77,4%	79,0%	79%	78%	
Conductivité	0,9	1	1,3	1,9	Augmentation
Charges	-	-	-	-	Diminution
%	40%	47%	46%	56%	Augmentation

La valeur absolue de la charge de surface passe de 3,4 mEq/g<sub>MS</sub> pour la boue brute (sans ajout de NaCl) à 0,9 mEq/g<sub>MS</sub> pour la boue ayant une conductivité électrique de 1,9mS/cm (où on a ajouté une solution concentrée en NaCl à 5%). La diminution de cette valeur absolue pour les échantillons de boues conditionnés avec des solutions de NaCl indique la réduction du nombre de groupes chargés négativement à la surface des floccs de boues, a priori induite par la présence des ions Na<sup>+</sup> qui peuvent neutraliser certaines charges surfaciques négatives. Or la charge de surface est corrélée positivement au potentiel zéta, ainsi sa diminution devrait ralentir le flux

é  
l  
e  
c

De son côté, le pourcentage en EPS solubles augmente avec l'ajout de sel. Cela indique comme prévu que les équilibres chimiques sont modifiés, ce qui est susceptible d'engendrer des modifications de structures non négligeables au sein de la boue. L'augmentation de la proportion en EPS solubles pourraient également, favoriser l'électrodéshydratation, par libération d'eau liée.

En résumé, les effets prévisibles de l'ajout de NaCl sont reportés dans le Tableau IV-2:

o  
t

*Tableau IV-2. Effets prévisibles de l'ajout de NaCl sur l'électrodéshydratation*

Diminution de la déshydratabilité	Défavorable à l'électrodéshydratation
Augmentation de la conductivité électrique	Défavorable à l'électrodéshydratation

u  
e

(

Diminution de la charge de surface	Défavorable à l'électrodéshydratation Augmentation de la consommation énergétique
Augmentation de la teneur en EPS solubles	Favorable à l'électrodéshydratation

#### IV.2.2. Impact de l'ajout de graphite sur les propriétés physico-chimiques de la boue

##### IV.2.2.1. Impact de l'ajout de graphite sur la déshydratabilité de la boue

En filtration, on sait que l'ajout de particules solides minérales comme adjuvant peut aider à améliorer la déshydratabilité mécanique d'une suspension. Il est donc nécessaire d'évaluer l'impact de l'ajout de graphite sur la déshydratabilité de la boue. En effet, le graphite joue un rôle de renforcement de la structure des gâteaux par ajout éléments rigides, ce qui crée d'avantage de voies pour l'écoulement de l'eau (Qi *et al.*, 2011). D'autre part, grâce à sa taille de particules plus petite que celle des boues, le graphite peut pénétrer dans certains pores du gâteau de boue et faciliter ainsi la libération de l'eau interstitielle sous l'effet de la pression mécanique (Lee *et al.*, 2010). Cependant, une quantité excessive de graphite peut parallèlement entraîner un colmatage des canaux de drainage (Hui *et al.*, 2022).

Pour ces tests, des boues liquides extraites au soutirage d'un clarificateur de la STEP de Pau-Lescar (boue AS-L) ont été utilisées. Le graphite a été ajouté puis l'ensemble a été floculé avec un polymère cationique (issu de la même station d'épuration), puis déshydratée dans une cellule de filtration-compression sous une force de pression de 5 bars.

Il est important de noter que l'ajout de particules solides dans les boues modifie inévitablement l'évolution de la siccité finale. En effet, pour une même quantité de filtrat récupérée (donc un même taux de déshydratation de la boue brute), la siccité de la boue avec ajout de particules solides augmentera bien plus vite que la siccité de la boue brute. Cela a été pris en compte dans l'analyse de nos résultats, et l'évolution de la siccité a été recalculée à partir des quantités de filtrat récupérées mais en tenant compte uniquement de la masse initiale de matières sèches de la boue brute.

Les résultats obtenus montrent (Figure IV.3) que l'ajout de graphite améliore la déshydratabilité de la boue :

- La cinétique de filtration est améliorée (Figure IV.3.a) ;
- La siccité finale corrigée est augmentée (+2,6 points de siccité) (Figure IV.3.b).

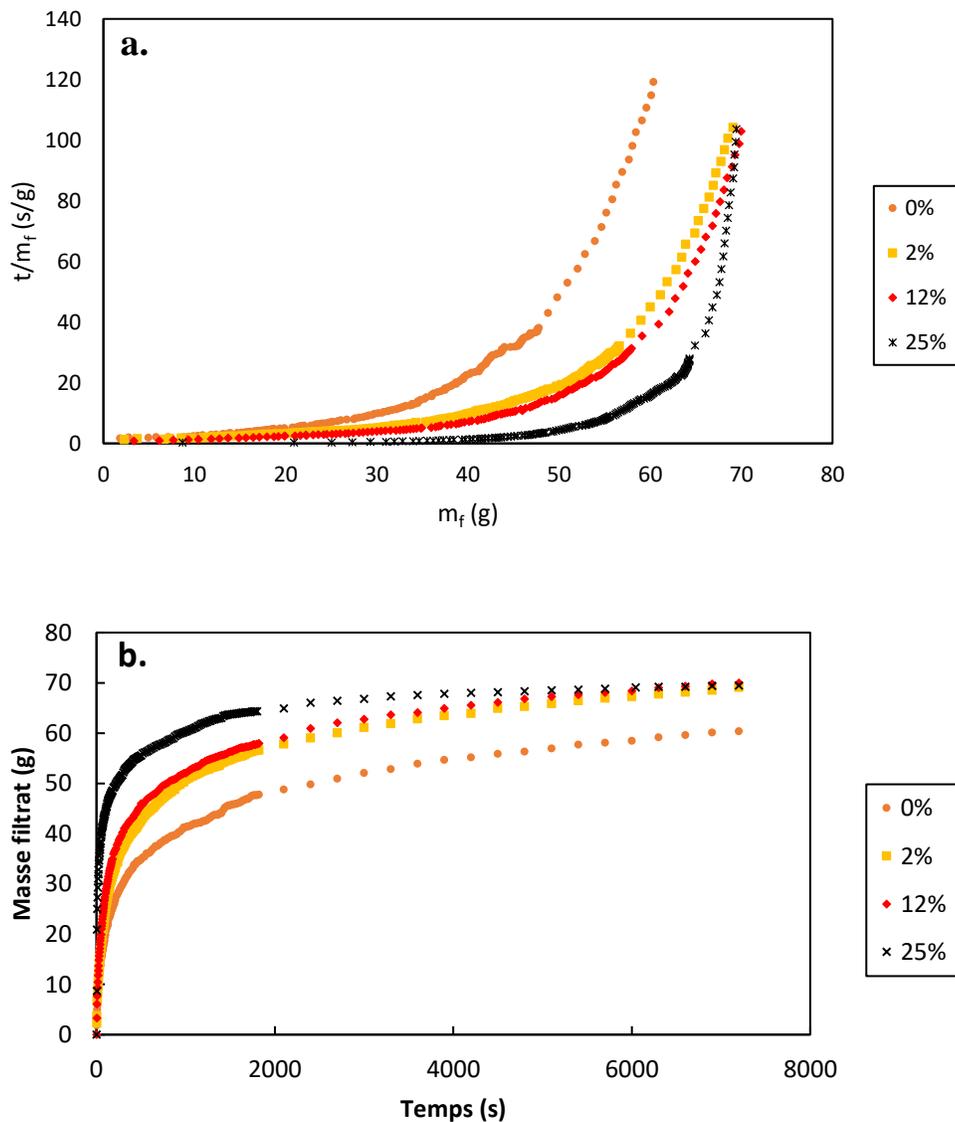


Figure IV.3. Evolution de : a.  $t/m_f = f(m_f)$ , et b. la siccité au cours du temps lors des essais de filtration-compression à 5 bars pour la boue modifiée avec le graphite

Ces résultats sont en bon accord avec (Hui *et al.*, 2022; Kao *et al.*, 2022) qui montrent que la filtrabilité de la boue augmente en présence respectivement de biochar et de graphite.

De plus, en observant la Figure IV.4 indique qu'un ajout important de graphite (25%<sub>MS</sub>) augmente également la vitesse de consolidation de la boue.

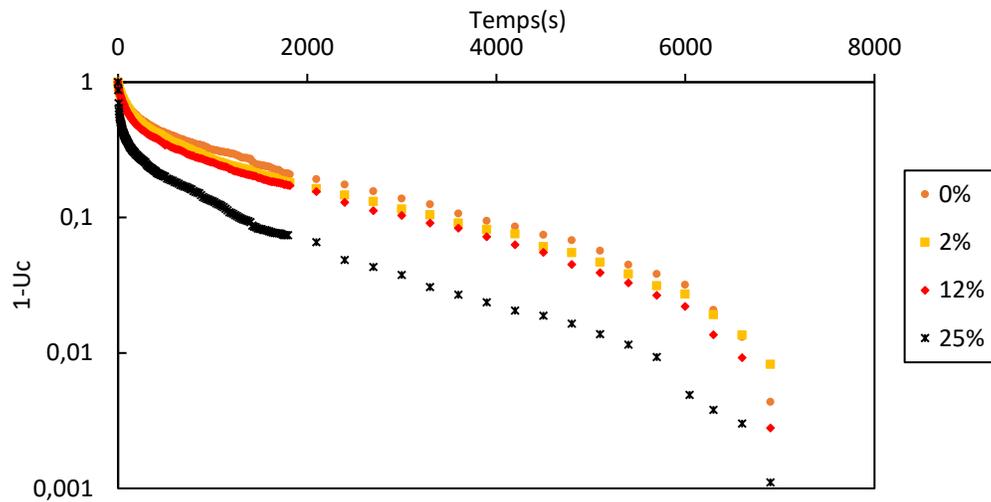


Figure IV.4. Courbe de compressibilité de la boue modifiée avec du graphite

Au global, 9 g de filtrat a été récupéré en plus en ajoutant du graphite par rapport à la boue brute. Il est donc probable que l'électrodéshydratation soit améliorée par l'ajout de graphite du fait de ce comportement mécanique.

#### IV.2.2.2. Impact de l'ajout de graphite sur les propriétés physico-chimiques de la boue

L'ajout de graphite augmente la siccité initiale de la boue, de ce fait la comparaison de l'évolution de la siccité au cours du temps pour les différentes boues ne peut pas être facilement réalisée. Par conséquent, le taux de déshydratation sera étudié en calculant :

- Le pourcentage massique de filtrat par rapport à la masse initiale des boues ;
- Le rapport, appelé taux de déshydratation, entre la masse de filtrat et la masse d'eau restant dans la boue.

L'évolution des propriétés physico-chimiques de boues suite à une addition de graphite est présentée dans le Tableau IV-3. Les résultats obtenus montrent que l'ajout de graphite ne

modifie pas de façon significative le pH de la boue. En revanche cet ajout de matière minérale fait naturellement baisser la fraction de matières volatiles. Ainsi si on se base sur les résultats de (Li *et al.*, 2020), qui montrent que la siccité finale après électrodéshydratation augmente avec la diminution du taux des MVS, on peut penser que l'ajout de graphite pourrait potentiellement être favorable à l'électrodéshydratation.

Tableau IV-3. Propriétés physico-chimiques des boues modifiées avec le graphite

Paramètres mesurés	Boue brutes	Boues brutes + 2% <sub>MS</sub> de graphite	Boues brutes + 12% <sub>MS</sub> de graphite	Boues brutes + 25% <sub>MS</sub> de graphite	Effet observé
Siccité initiale	17,9% ±0,2	19,2% ±0,7	21,5% ±0,3	23,7 ±0,1	Augmentation
pH	6,9 ±0,1	7,3 ±0,3	7,8 ±0,1	7,0 ±0,2	Pas de variation
Matières volatiles (MVS)	77,4% ±0,1	75,7 ±1,1	68,3% ±0,8	59,6% ±1,3	Diminution
Conductivité (mS/Cm)	0,9 ±0,0	1,0 ±0,3	1,3 ±0,1	1,4 ±0,0	Augmentation
Charges de surface (mEq/g <sub>MS</sub> )	-3,4 ±0,8	-4,8 ±0,1	-6,0 ±0,0	-8,3 ±0,0	Augmentation de la valeur absolue
% EPS solubles (S-EPS) par rapport aux EPS totaux	40%	53%	78%	60%	Optimum

L'ajout de graphite, initialement prévu pour modifier la résistance électrique de la phase solide n'est cependant pas sans effet sur la conductivité électrique de la phase liquide. En effet l'addition de graphite tend à augmenter la conductivité électrique de la phase liquide pour passer de 0,9 mS/cm (pour la boue sans graphite) à 1,4 mS/cm (pour la boue + 25%MS de graphite). (Hui *et al.*, 2022) observent également une légère augmentation de la conductivité électrique des boues en présence de graphite. Cependant ces résultats semblent en contradiction avec ceux issus d'études menées par (Huang *et al.*, 2022; Liu *et al.*, 2021) qui ne constatent aucun changement de la conductivité électrique du liquide après ajout non pas de graphite mais d'antracite. Aussi, pour vérifier nos résultats, nous avons mesuré la conductivité d'une solution saline avant et après ajout de graphite, et observé que cette conductivité était bien modifiée. Ce phénomène peut être expliqué par l'apparition de nombreux groupes oxygénés (alcool, acide carboxylique...) ayant des propriétés acides à la surface du graphite hydraté (Kao *et al.*, 2022). Le graphite en solution est ainsi chargé négativement (Szabó *et al.*, 2006). L'augmentation de la conductivité liquide pourrait alors être due à un phénomène d'échange de cations avec les groupes acides à la surface du graphite libérant des ions H<sup>+</sup> plus mobiles dans la solution. (Kao *et al.*, 2022). Par ailleurs, (Hui *et al.*, 2022), en faisant subir un traitement électrique à la boue additionnée de graphite montrent que la conductivité liquide augmente bien plus au cours de l'essai que celle de la boue brute soumise au même traitement. Cette augmentation de conductivité pourrait d'après  $Q_{eo} = \frac{\epsilon D \zeta}{\mu} \times \frac{I}{\lambda_b}$  (Équation IV.1 pénaliser l'électrodéshydratation.

La valeur absolue de la charge de surface augmente elle aussi avec l'ajout de graphite pour passer de 3,4 meq/g<sub>MS</sub> (pour les boues brutes) à 8,3 meq/g<sub>MS</sub> (pour la boue + 25%MS de graphite). Ce comportement semble essentiellement dû à l'apparition de charges négatives à la surface du graphite, comme indiqué précédemment. Ce résultat est en bon accord avec les études de (Cao *et al.*, 2019) et (Hui *et al.*, 2022) qui indiquent une augmentation de la valeur absolue du potentiel zéta de la boue suite à l'ajout de graphite et avec l'étude de (Thapa *et al.*, 2009) qui observent une augmentation considérable de la valeur absolue du potentiel zéta (de 13 mV à 19 mV) après ajout de lignite, mais reste en désaccord avec les résultats sur l'ajout d'antracite qui ne montrent pas d'impact sur le potentiel zéta (Huang *et al.*, 2022; Liu *et al.*, 2021). En complément, l'étude de (Hui *et al.*, 2022), durant laquelle ils ont appliqué un traitement électrique à de la boue

additionnée de graphite montre que la valeur absolue du potentiel zéta augmente bien plus au cours du traitement que celle de la boue brute soumise au même traitement. L'impact de l'ajout de graphite semble donc contribuer à favoriser l'électrodéshydratation en intensifiant le flux électro-osmotique (Bai *et al.*, 2019; Li *et al.*, 2020). Aussi, la charge de surface étant corrélée au potentiel zéta, la consommation énergétique du procédé devrait être réduite suite à l'ajout de

g  
r  
a  
p

Enfin,

En

Tableau

Augmentation	Favorable
Diminution	Favorable
Augmentation	Défavorable
Augmentation	Favorable Diminution
Optimum	Favorable

,

### IV.3. Etude de la modification de la conductivité de la phase liquide sur les performances de l'électrodéshydratation à intensité constante (I-EDW)

#### IV.3.1. Impact sur la cinétique de déshydratation

##### IV.3.1.1. Etape de dessalement

s

La

- Les réactions aux électrodes se produisent
- Se met en place la diffusion des espèces chargées (phénomène d'électromigration) à travers le gâteau de boue (phénomène qui ne provoque pas l'apparition de filtrat).

,

(Xiao

R

D'après

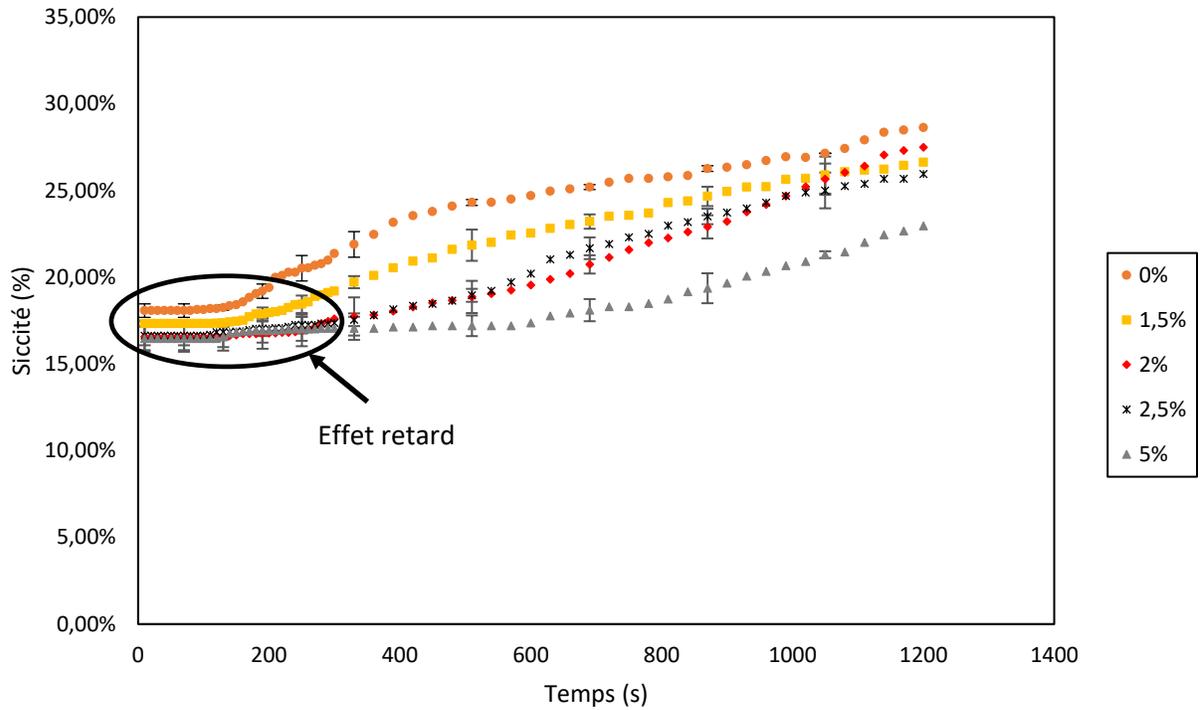
E

F

–

R

e



Figure

IV.3.1.2. Cinétique de déshydratation

P  
o  
u  
r

c

Tableau

Echantillon	Conductivité	K <sub>i</sub>
0%	0,9	0,00059
0,5%	1,0	0,00053
1,5%	1,3	0,00703
2%	1,4	0,00058
2,5%	1,6	0,00043
5%	1,9	0,00036

IV.3.1.3. Taux de déshydratation

o  
n  
c  
e  
r

Dans

Tableau

Auteurs	Méthode	Conductivité	Méthode	Évolution
(Citeau	Lavage	0,3 ;	I	*Diminution
(Li	Lavage	0,136 ;	U	Diminution
(Xiao	Ajout	Non	U	Maximum
(Cao	Ajout	Non	U	Maximum
(Sun	Ajout	1,145	U	Augmentation
	Lavage	0,439	U	Très
(Li	Digestion	De	U	Augmentation

En

De

- A tension constante, la vitesse spécifique d'électro-osmose dans un capillaire de section

c

o

n

$$u_{eo} = \frac{D\zeta}{4\pi\mu} \times \frac{\partial U}{\partial z} \text{ (Équation IV.8)}$$

s

Avec z la variable d'épaisseur du gâteau. Selon l' $u_{eo} = \frac{D\zeta}{4\pi\mu} \times \frac{\partial U}{\partial z}$  (Équation IV.8, à

t

tension constante, l'ajout de sel doit diminuer le potentiel zéta et ainsi ralentir l'électrodéshydratation

- L'ajout de sel dégraderait la déshydratabilité de la boue (paragraphe IV.2.1.2 de ce Chapitre IV)

Par

e

s

t

d

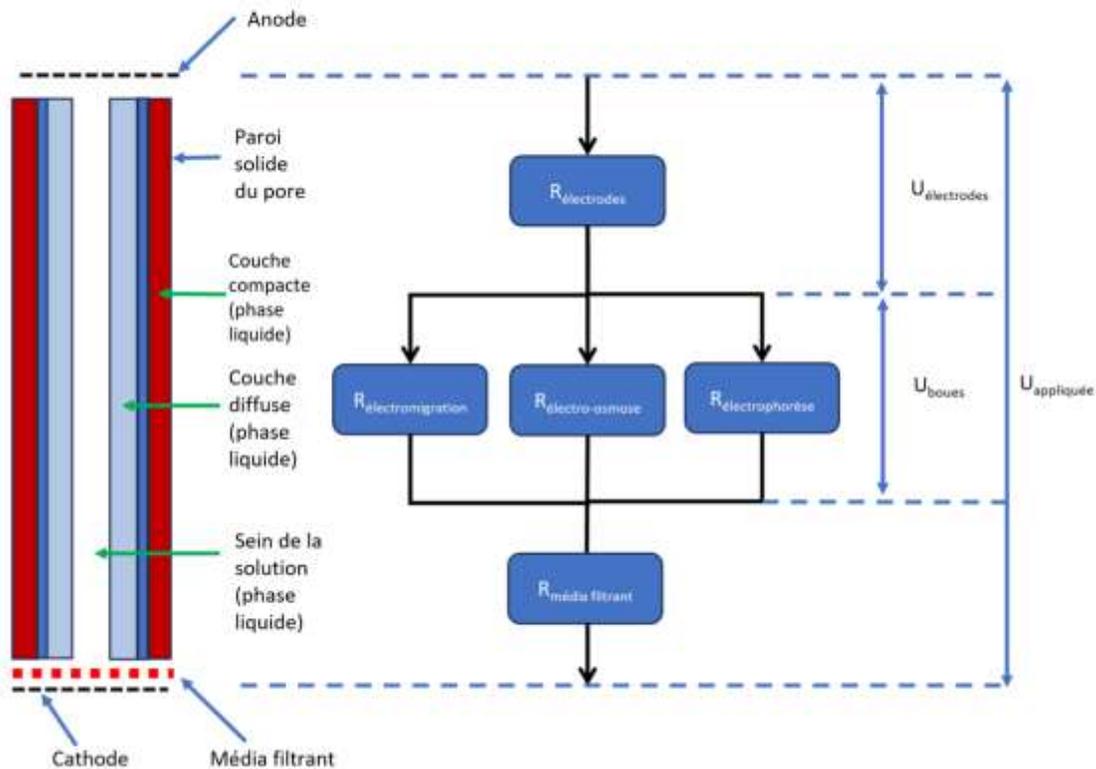
é

c

r

i

t



Figure

En négligeant l'électrophorèse dans des boues préalablement déshydratées, à intensité constante, en modélisant les phénomènes d'électro-osmose et d'électromigration par des résistances électriques en parallèle, le courant électrique se divise en deux. Plus il y a d'ions au sein de la solution, moins la couche diffuse est épaisse, ainsi la solution de cœur est plus conductrice et le courant qui traverse cette résistance est plus important. De ce fait, il y a moins de courant disponible pour l'électro-osmose. Il y a également moins d'eau disponible pour

l

,

Les arguments en faveur d'une augmentation des performances sont les suivants :

é

l

e

c

t

r

o

-

o

- A tension constante, un pic d'intensité apparaît dès le démarrage ou quelques instants après le démarrage de l'essai (Mahmoud *et al.*, 2011; Olivier *et al.*, 2014). (Sun *et al.*, 2017; Xiao *et al.*, 2017) montrent que ce pic d'intensité augmente avec la conductivité liquide des boues. (Olivier *et al.*, 2015) ont montré qu'après ce pic, le débit de filtrat d'électrodéshydratation était positivement corrélé à la valeur de l'intensité électrique.

Ainsi, une conductivité liquide élevée entraîne une intensité mesurée élevée qui doit, alors, induire un débit d'électrodéshydratation élevé favorisant un taux de déshydratation élevé ;

- L'augmentation du taux initial des S-EPS grâce à l'ajout de sel, favoriserait l'électrodéshydratation du fait d'une quantité d'eau liée au solide plus faible.

Enfin (Xiao *et al.*, 2017) concluent, à tension constante, que l'optimum qu'ils observent est certainement dû aux comportements très différents des boues salées par rapport à la boue brute. Les gradients de pH et de potentiel zéta entre l'anode et la cathode n'évoluent pas de la même manière dans les deux cas. Le gradient de potentiel zéta peut même s'inverser pour un ajout de sel important entre la cathode et l'anode ce qui est, selon eux, particulièrement défavorable à la déshydratation.

Une seule étude a été réalisée à I constant (Citeau *et al.*, 2011). Les résultats alors obtenus montrent que pour un même temps de déshydratation, le taux de déshydratation diminue avec l'augmentation de la conductivité. Dans ce cas, la cinétique de déshydratation est nettement ralentie en raison notamment d'une importante augmentation de l'étape de dessalement (effet retard). Par contre, le taux de déshydratation maximal obtenu augmente avec la conductivité. En effet, pour des essais à intensité constante, la température du gâteau augmente significativement au cours du temps du fait d'un effet joule qui tend à s'amplifier durant l'électrodéshydratation suite à l'augmentation de la résistance électrique globale du gâteau (Citeau *et al.*, 2012; Conrardy *et al.*, 2016). Les essais sont alors interrompus à partir d'une température seuil, pour ne pas dégrader les électrodes. (Citeau *et al.*, 2011) montrent que ce seuil est atteint pour des siccités atteintes plus élevées avec des boues ayant les conductivités électriques plus importantes. En effet, lorsque la résistance électrique des boues est plus faible, l'effet joule est moins marqué. Ainsi, l'ajout de sel augmente la conductivité de la phase liquide et diminue la résistance électrique globale des boues comme le montre la Figure IV.7, la résistance électrique apparente étant définie par :  $U_{\text{mesurée}} = R_{\text{apparente}} \times I_{\text{appliquée}}$ .

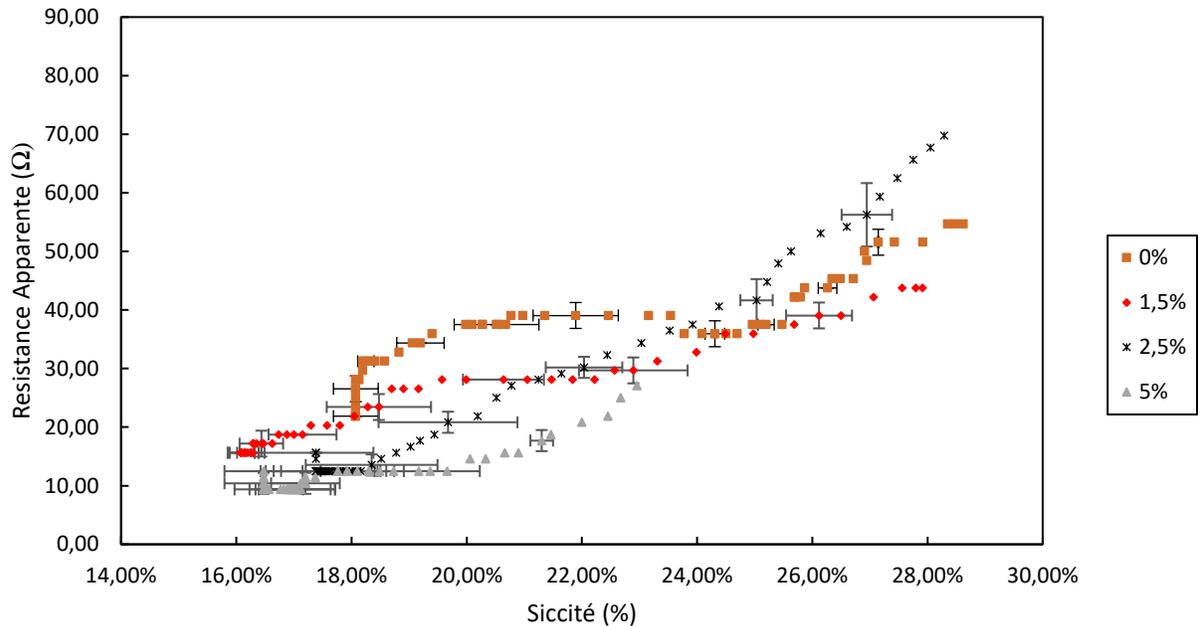


Figure IV.7. Evolution de la résistance électrique apparente des boues modifiées avec NaCl

A titre de remarque, nos résultats sont difficilement comparables à ceux de (Citeau *et al.*, 2011) car ils ont été réalisés sur une gamme bien plus étroite de conductivité.

La Figure IV.8 présente la composition des différentes phases recueillies lors de nos essais. Plus le taux de filtrat est important, meilleure est la déshydratation. Toutefois, les siccités initiales n'étant pas tout à fait identiques, il semble opportun, pour valider les résultats, de calculer un paramètre appelé, ici « taux de déshydratation » comme étant le rapport entre le pourcentage de masse de filtrat récupéré par rapport à la masse d'eau initiale contenue dans la boue et le pourcentage de masse d'eau résiduelle dans la boue après électrodéshydratation par rapport à la masse d'eau initiale contenue dans la boue, c'est-à-dire :

$$\text{Taux de désydratation} = \frac{m_{\text{filtrat}}/m_{\text{boues initiales}}}{m_{\text{eau restante}}/m_{\text{boues initiales}}} = \frac{m_{\text{filtrat}}}{m_{\text{boues initiales}} - m_{\text{filtrat}}} \quad (\text{Équation IV.9})$$

Par

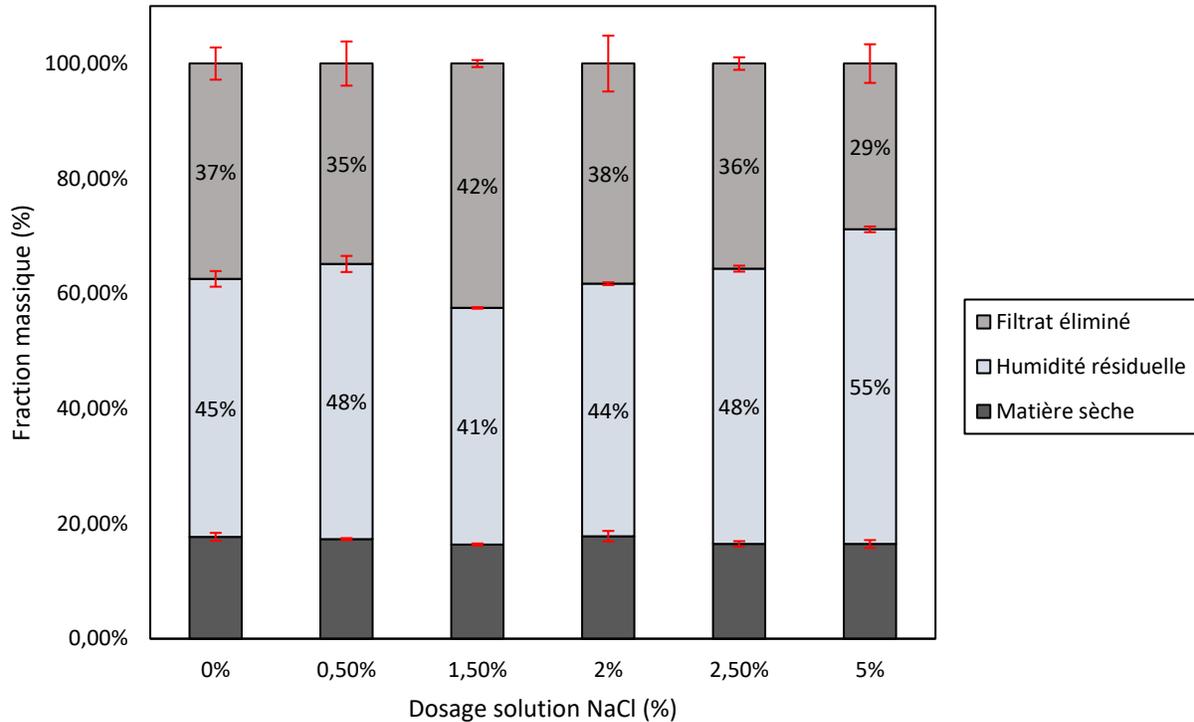


Figure  
Tableau

Echantillon	0%	0,5%	1,5%	2%	2,5%	5%
Conductivité	0,9	1	1,3	1,4	1,6	1,9
Taux	0,84	0,73	1,03	0,87	0,75	0,53

Les

Par

- Pour la boue 0,5% de conductivité égale à 1 mS/cm, l'effet retard a augmenté (660 s) alors que la cinétique a légèrement ralenti ( $K_{I-EDW} = 0,00053 \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{A}^{-1}$ ). Au final, il en résulte une dégradation de la déshydratation ;
- Pour la boue 1,5% de conductivité égale à 1,3 mS/cm, l'effet retard a également augmenté (870 s) mais la cinétique a largement accélérée ( $K_{I-EDW} = 0,00070 \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{A}^{-1}$ ). Au final, on observe donc globalement une amélioration de la déshydratation ;

- pour la boue 2,5% de conductivité égale à 1,6 mS/cm, l'effet retard a augmenté (710 s) et la cinétique a ralenti ( $K_{I-EDW} = 0,00043 \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{A}^{-1}$ ). Au final, il en résulte une dégradation de la déshydratation ;
- pour la boue 5% de conductivité égale à 1,9 mS/cm, l'effet retard a fortement augmenté (1200 s) et la cinétique a ralenti ( $K_{I-EDW} = 0,00036 \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{A}^{-1}$ ). Au final, il en résulte une nette dégradation de la déshydratation.

Des  
Tableau

<b>Conductivité</b>	0,9	1	1,3	1,6
<b>Taux</b>	1,05	1,10	0,90	0,58

E  
n  
c  
o  
n

#### IV.3.2. Impact sur la consommation d'énergie

La consommation d'énergie est calculée en kWh/kg<sub>filtrat cumulé</sub> afin d'estimer l'énergie nécessaire pour extraire 1 kg de filtrat. Cette énergie est donc égale à la puissance électrique consommée P

( $P = U \cdot I$ ) divisée par le débit de filtrat calculé entre l'instant initial et l'instant final ( $E_{DS_0 \rightarrow DS(t)} = \frac{U \times I \times t}{m_f} = \frac{U \times I}{Q_{f, moyen}}$ ) (Équation IV.4).

n

(Olivier

,  
En fonctionnement à tension constante, la résistance électrique des boues diminue avec l'augmentation de la conductivité liquide, d'après la loi d'Ohm ( $U = R \cdot I$ ), l'intensité mesurée est plus élevée, donc la puissance électrique ( $P = U \cdot I$ ) consommée augmente avec la conductivité. Si par ailleurs la cinétique (donc le débit de filtrat) se dégrade avec la conductivité liquide, l'énergie

c

o  
r  
n  
é  
s

$EDS_0 \rightarrow DS(t) = U \times I \times t m f = U \times I Q f, \text{moyen}$  (Équation IV.4. Par contre, si le débit augmente avec la conductivité, il y a « compétition » entre le numérateur et le dénominateur de

$$l'E_{DS_0 \rightarrow DS(t)} = \frac{R_{boue} \times I^2}{\frac{\epsilon D \zeta}{\mu} \times \frac{I}{\lambda_b}} = \frac{\mu}{D} \times \frac{1}{\epsilon \zeta} \times R_{boue} \times \lambda_b \times I \text{ (Équation IV.5 pour savoir dans quel}$$

sens évoluera la consommation d'énergie.

Pour des essais menés à tension constante, (Sun *et al.*, 2017) observent une accélération de la cinétique globale avec l'augmentation de la conductivité de la boue mais indiquent aussi une augmentation de la consommation d'énergie totale (kWh/kg<sub>filtrat cumulé</sub>) Toutefois ce résultat est à prendre avec beaucoup de prudence, car ils calculent les consommations d'énergie pour des siccités finales atteintes différentes (les siccités finales augmentant avec la conductivité liquide dans leur cas). En fonctionnement à intensité constante, la résistance électrique des boues diminuant avec l'augmentation de la conductivité, d'après la loi d'Ohm, la tension mesurée sera plus faible et la puissance électrique P consommée diminue avec la conductivité. Si la cinétique (donc le débit de filtrat) se dégrade avec la conductivité, il y a « compétition » entre le

n  
u  
m  
é  
r  
a

D'après des essais réalisés à intensité constante, (Citeau *et al.*, 2011) observent un ralentissement de la cinétique globale de déshydratation, et montrent que l'énergie consommée est quasiment identique pour des conductivités électriques de la boue respectivement de 0,3 mS/cm, 3,9 mS/cm et 5,9 mS/cm. En revanche ils constatent une augmentation considérable de cette énergie pour une conductivité électrique de 9,5 mS/cm.

En comparaison, les résultats issus de notre étude sont présentés dans le Tableau IV-9 :

t *Tableau IV-9. Energie consommée pour les échantillons de boues modifiés avec NaCl*

Echantillon	0%	0,5%	1,5%	2%	2,5%	5%
-------------	----	------	------	----	------	----

e

d

é

<b>Conductivité (mS/cm)</b>	0,9	1	1,3	1,4	1,6	1,9
<b>Siccité initiale</b>	17,7%	17,3%	16,4%	16,5%	17,8%	16,5%
<b>Siccité finale</b>	28,3%	27,2%	28,3%	26,0%	28,3%	23,0%
<b>Énergie consommée totale (kwh/kg<sub>filtrat</sub> cumulé)</b>	0,33	0,4	0,19	0,32	0,3	0,15

Ces résultats révèlent plusieurs comportements :

- Pour la boue avec 0,5%NaCl, dont la conductivité est de 1 mS/cm, la résistance électrique est à peu près égale à celle de la boue brute, par contre la cinétique globale est plus lente (notamment du fait de l'effet retard), et la consommation totale d'énergie augmente ;
- Pour la boue avec 1,5%NaCl dont la conductivité est de 1,3 ms/cm, la résistance électrique diminue (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) et la cinétique globale est plus rapide (optimum du taux de déshydratation). La consommation d'énergie diminue considérablement ;
- Pour la boue avec 2%NaCl dont la conductivité est de 1,4 ms/cm, la résistance électrique est pratiquement la même que celle de la boue de conductivité 1,3 mS/cm. Elle est donc plus faible que celle de la boue brute, ce qui favorise une diminution de l'énergie consommée. Par contre, la cinétique globale est largement ralentie par rapport à celle de la boue brute (principalement du fait de l'effet retard) ce qui entraîne une augmentation de la consommation énergétique. En définitive, on observe que la consommation énergétique est à peu près identique à celle de la boue brute et donc plus élevée que celle de la boue à 1,3 mS/cm. Toutefois, la siccité finale obtenue étant plus faible que pour les essais précédents, il est nécessaire de reprendre le calcul pour comparer les énergies consommées pour atteindre des siccités identiques. Ainsi, la consommation d'énergie a

été recalculée entre 17,8% de siccité et 22,5% de siccité. La valeur calculée, dans ces conditions, pour la boue brute est de 0,12 kwh/kg<sub>filtrat cumulé</sub> et celle pour la boue ayant une conductivité de 1,4 mS/cm est de 0,21 kwh/kg<sub>filtrat cumulé</sub>. Au final, la consommation d'énergie est en réalité plus importante dans le cas de la boue présentant une conductivité de 1,4 mS/cm que dans celui de la boue brute ;

- Pour la boue avec 2,5%NaCl dont la conductivité est de 1,6 mS/cm, la résistance électrique diminue et il en est de même pour la cinétique de déshydratation. On observe alors une consommation d'énergie du même ordre de grandeur que celle calculée sur la boue brute et donc plus basse que celle obtenue pour la boue de conductivité 1,4 mS/cm, du fait notamment de l'importante diminution de la résistance électrique. Par contre, cette diminution de résistance ne compense pas le ralentissement de la cinétique par rapport à l'essai à 1,3 mS/cm et donc la consommation d'énergie électrique reste supérieure à celle de l'essai réalisé avec la boue de conductivité 1,3 mS/cm ;
- Pour la boue avec 5%NaCl dont la conductivité est de 1,9 mS/cm, l'effet retard est très important et la cinétique globale de déshydratation très faible, ce qui devrait augmenter la consommation d'énergie. Cependant, la résistance électrique diminue fortement. Du fait de la lenteur de la déshydratation, la siccité finale atteinte est très basse et la consommation d'énergie a été calculée entre 17,8% et 22,5% de siccité. La valeur obtenue dans ces conditions de calcul est de 0,10 kwh/kg<sub>filtrat cumulé</sub>, c'est-à-dire à peu près identique à celle de la boue brute.

En résumé, l'évolution de la consommation d'énergie en fonction de la conductivité électrique de la boue est une relation complexe à évaluer et à décrire. L'ajout d'une petite quantité de sel a tendance à l'augmenter la consommation d'énergie. Cependant en atteignant l'optimum de déshydratation, cette consommation a pu être divisée par 2 environ. En augmentant la conductivité pour s'éloigner de l'optimum de déshydratation, la consommation d'énergie augmente de nouveau pour se stabiliser vers une valeur proche de celle mesurée pour la boue brute. En cela nos résultats se rapprochent de ceux de (Citeau *et al.*, 2011).

#### IV.4. Etude de la modification de la conductivité de la phase solide sur les performances de l'électrodéshydratation à intensité constante (I-EDW)

##### IV.4.1. Impact sur la cinétique et le taux de déshydratation

D'après les observations réalisées précédemment dans le paragraphe IV.2.2.2, l'ajout de graphite entraîne une augmentation de la conductivité de la phase liquide. Or d'après l'étude sur l'impact de la conductivité du liquide, cette augmentation induit un allongement important de l'effet retard. Avec l'ajout de 2%MS de graphite, une conductivité liquide de 1 mS/cm est mesurée. Or selon l'étude précédente sur l'impact de la conductivité liquide, ce niveau de conductivité entraîne une légère dégradation de la cinétique de déshydratation, alors que pour un taux de 12%MS de graphite, une conductivité liquide de 1,3 mS/cm est atteinte. Pour 25%MS de graphite, une conductivité liquide de 1,4 mS/cm est mesurée et aucune modification de la cinétique n'est constatée. Au final il semblerait que l'ajout de graphite est susceptible de modifier la cinétique d'électrodéshydratation et la durée de l'effet retard, et cela du fait, uniquement de la variation de la conductivité liquide. Il est donc nécessaire de tenir compte de ces comportements dans l'analyse des résultats relatifs à l'impact d'un ajout de graphite.

##### *IV.4.1.1. Etape de dessalement*

La Figure IV.9 représente l'évolution de la siccité au cours du temps pour différentes quantités de graphite ajoutées. Elle fait apparaître un effet retard pendant lequel la siccité n'évolue pas malgré la présence du champ électrique. Cependant alors qu'une augmentation importante de la durée de cet effet retard était attendue en raison de l'augmentation de la conductivité liquide due à la présence de graphite (paragraphe IV.3.1.1), on observe, au contraire, une diminution importante de cette durée. Pour la boue brute, l'effet retard dure environ 540 s alors qu'il varie, seulement, entre 150 et 260 s lorsque du graphite est ajouté. Même si cette variation n'est pas directement corrélée à la quantité de graphite ajoutée, cela démontre, malgré tout, un effet important de l'ajout de graphite. Les résultats obtenus par (Huang *et al.*, 2022), à intensité constante, montrent également une réduction de cette durée même si cette réduction est plus modeste dans leur cas.

(Cao *et al.*, 2019) indiquent que le taux de transfert d'électrons à la surface des électrodes augmente en ajoutant 20%MS de graphite ce qui tend à favoriser le contact avec les électrodes en diminuant la résistance électrique de contact électrodes/boues. En effet, la résistance de contact entre les électrodes et un solide dépend de la force de serrage entre les électrodes et le solide (Fievet et Szymczyk, 2002). Dans notre cas, du fait de la faible pression appliquée durant les essais, la résistance de contact est plutôt grande et la mise en place des réactions aux électrodes est lente. L'ajout de graphite (qui est un solide conducteur) permet de diminuer cette résistance électrique et d'accélérer la mise en place des réactions aux électrodes. Enfin, le fait que des charges négatives apparaissent à la surface du graphite (par dissociation des groupements ayant des propriétés acides (alcool, acide carboxyliques...) comme évoqué au paragraphe IV.2.2 de ce Chapitre IV) a certainement pour conséquence que la quantité de contre-ions attirés dans la couche diffuse à proximité du solide est plus importante. Ainsi l'épaisseur de la couche diffuse augmente et les ions au sein de la phase liquide sont en quantité moindre (diminution probable de l'électromigration).

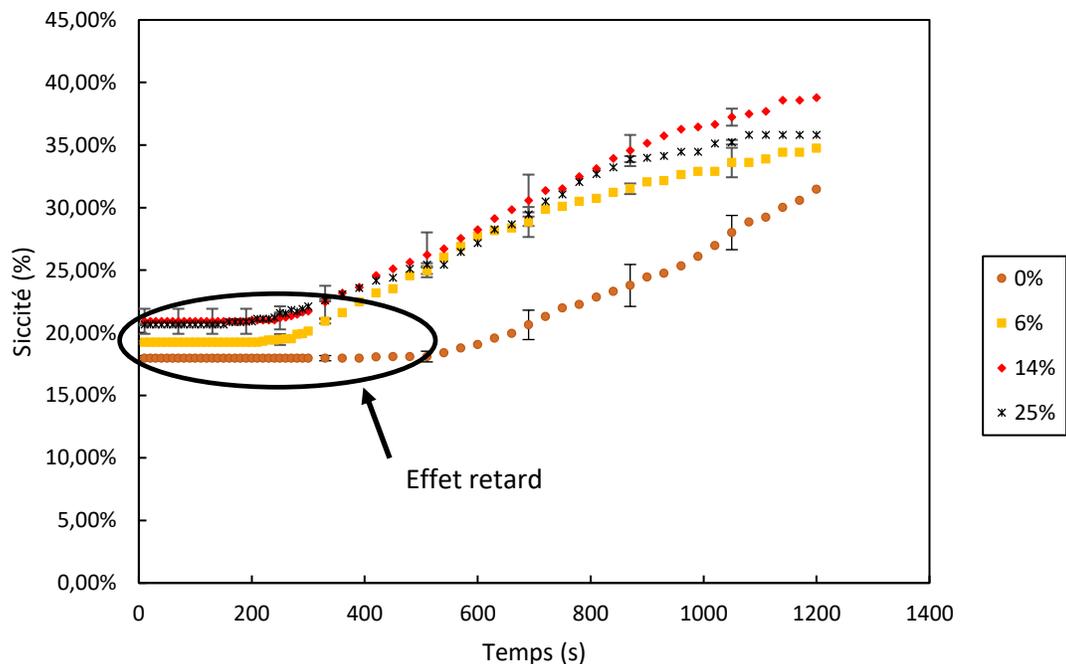


Figure IV.9. Evolution de la siccité au cours du temps pour les boues modifiées avec le graphite

#### IV.4.1.2. Cinétique de déshydratation

Pour rappel, Le modèle de conductivité de la boue utilisé pour analyser nos résultats (« porous Plug model »,  $Q_{eo} = \frac{\varepsilon D \zeta}{\mu} \times \frac{I}{\lambda_b}$  (Équation IV.1) revient à modéliser la boue sous la forme de trois

résistances électriques en parallèle (Liu *et al.*, 2021) :

- Une résistance électrique pour une phase solide continue entre les 2 électrodes ;
- Une résistance électrique pour une phase liquide continue entre les 2 électrodes ;
- Une résistance électrique pour une phase diphasique constituée d'une alternance de couches solides et de couches liquides (Figure IV.10). Dans la Figure IV.6, les résistances électriques représentées sont liées aux phénomènes physiques qui apparaissent durant l'électrodéshydratation alors que dans la Figure IV.10, les résistances sont liées aux différentes phases physiques que traversent le courant.

Dans

- $I_S$  qui traverse la phase solide continue ;
- $I_L$  qui traverse la phase liquide continue ;
- $I_{S-L}$  qui traverse la couche diphasique.

Plus

T  
o  
u  
t  
e  
f  
o  
i  
s  
,  
  
a  
v  
e  
c

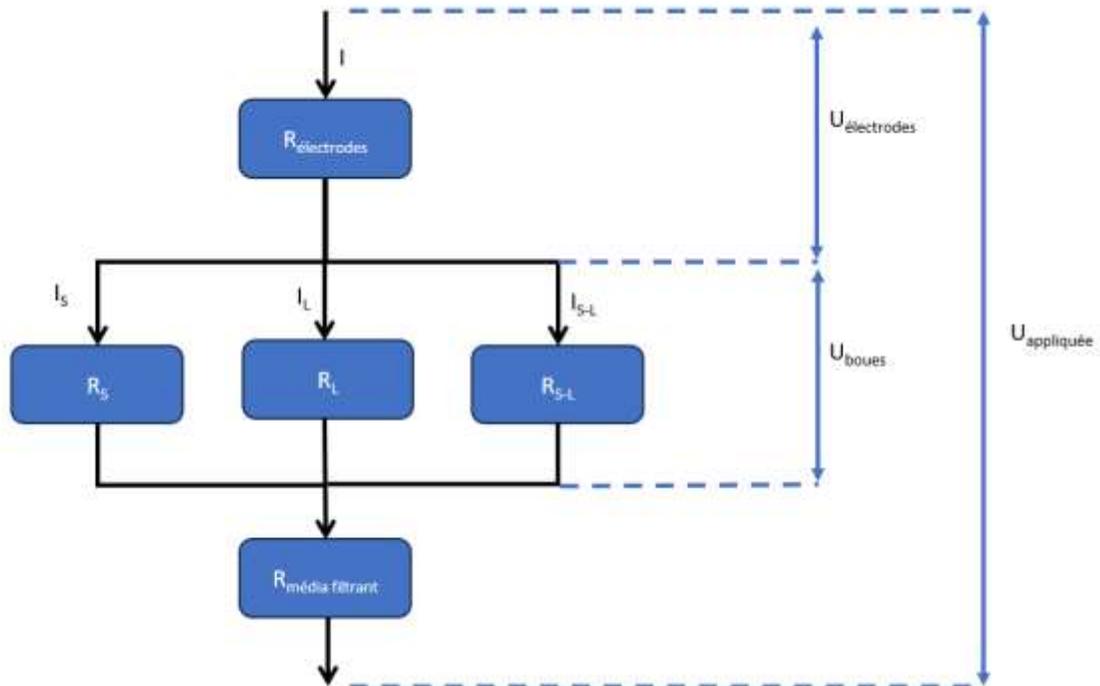


Figure IV.10. Modélisation du circuit électrique dans la boue en tenant compte des phases liquides et solides

Ces deux effets contradictoires pourraient expliquer la présence de l'optimum observé durant nos essais avec des ajouts de quantités différentes de graphite. La présence de cet optimum a également été rapportée par (Huang *et al.*, 2022), sur la base d'essais aussi réalisés à intensité constante. Ces auteurs montrent que le débit moyen de filtrat, après 40% de siccité, diminue dès l'ajout d'une petite quantité d'antracite par rapport à celui de la boue brute. Il remonte avec l'ajout d'une plus grande quantité de d'antracite pour retrouver quasiment la valeur du débit obtenu avec la boue brute pour une dose égale à 12%MS. Un minimum de vitesse de déshydratation est alors observé pour une dose de 2%MS.

Le comportement semble cependant différent pour l'électrodéshydratation à tension constante. En effet, étant donné qu'une couche de boue ayant une forte siccité et une très faible conductivité électrique se développe au niveau de l'anode (Xiao *et al.*, 2017) (Deng *et al.*, 2020), une résistance électrique supplémentaire en série semble devoir être prise en compte dans le

modèle électrique décrit précédemment (Figure IV.6). Lors d'un fonctionnement à intensité constante, la présence de cette résistance supplémentaire n'a pas d'incidence sur l'analyse faite précédemment car elle ne modifie pas la valeur de l'intensité électrique. Par contre, elle a une incidence sur la montée en température des boues et l'évolution de la tension mesurée aux bornes des électrodes. Par contre, à tension constante, avec l'ajout de graphite, cette couche de boue en contact avec l'anode est plus conductrice, elle consomme une plus petite part de la tension appliquée ( $U_{sup}$  est plus faible, Figure IV.11). Autrement dit, la tension disponible pour déshydrater le reste de la boue ( $U_{inf}$ , Figure IV.11) est plus importante que pour la boue brute. Or (Mahmoud *et al.*, 2011) et (Olivier *et al.*, 2014) ont montré que la cinétique de déshydratation, à tension constante, dépend fortement de la tension appliquée. Ainsi avec une plus grande tension disponible dans la boue, la cinétique, à tension constante, doit pouvoir augmenter.

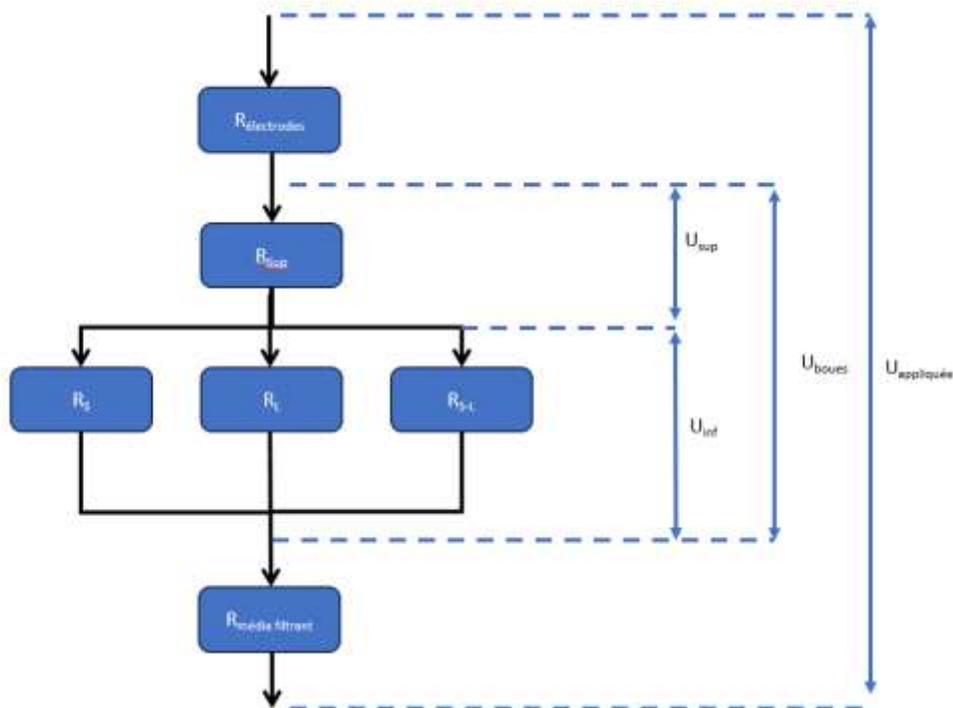


Figure IV.11. Modélisation du circuit électrique en tenant compte des phase solide et liquide et de la couche de boue de siccité élevée à la cathode

De plus, comme avec l'ajout de particules solides conductrices la résistance électrique globale de la boue est plus faible, l'intensité mesurée est de ce fait plus élevée (Cao *et al.*, 2019) ce qui tend également à augmenter le débit d'électrodéshydratation. Cependant ce courant supplémentaire

est susceptible de passer dans la phase solide et peut ne pas contribuer à l'amélioration de la déshydratation. Il est même possible d'imaginer qu'en augmentant la quantité de solide conducteur, la cinétique finisse par se dégrader.

Nos mesures de cinétique d'électrodéshydratation à intensité constante (Tableau IV-10), montrent que l'ajout de graphite entraîne une diminution de la vitesse d'extraction du filtrat. Le minimum est obtenu pour la plus petite dose ajoutée (2%MS), confirmant ainsi les résultats de (Huang *et al.*, 2022). Puis la cinétique remonte pour se stabiliser à une valeur inférieure de celle obtenue avec la boue brute (même à des doses supérieures à 12%MS).

Tableau IV-10. Coefficient de cinétique de déshydratation pour les boues modifiées avec le graphite

Echantillon	Conductivité de la boue	$K_{I-EDW} (g \cdot s^{-1} \cdot A^{-1})$
0%	$0,9 \pm 0,0$	$0,0016 \pm 0,00005$
2%	$1,0 \pm 0,3$	$0,0008 \pm 0,00001$
4%	---	$0,0009 \pm 0,00007$
6%	---	$0,0011 \pm 0,00003$
10%	---	$0,0011 \pm 0,00001$
12%	$1,3 \pm 0,1$	$0,0013 \pm 0,00055$
14%	---	$0,0013 \pm 0,00009$
18%	---	$0,0012 \pm 0,00015$
25%	$1,4 \pm 0,0$	$0,0012 \pm 0,00001$

#### IV.4.1.3. Taux de déshydratation

Du fait de l'ajout de particules solides (graphite) il est difficile de suivre réellement l'évolution des siccités, et de calculer directement les siccités finales atteintes car l'ajout de matière solide fausse les valeurs mesurées. Il est donc préférable de s'intéresser à la part d'eau extraite des boues.

A tension constante, (Cao *et al.*, 2019) montrent que la siccité finale des boues augmente avec la dose de graphite ou de charbon actif ajouté (jusqu'à une dose de 20%MS). Cependant, il faut prendre ces résultats avec beaucoup de prudence étant donné que les auteurs ne corrigent pas la siccité en fonction de la masse de solide ajoutée. En calculant les masses de filtrat récupéré, on obtient une augmentation maximale de filtrat récupéré de 1,05 g (pour 200 g de boues avant

traitement), par rapport à la boue brute. Ces écarts semblent montrer que le graphite a très peu d'impact sur le taux de déshydratation. De leur côté, (Liu *et al.*, 2021) observent, en comparant bien les masses de filtrat collectées, que le taux de déshydratation augmente avec la dose d'anthracite ajoutée (jusqu'à une dose de 22%MS).

A intensité constante, (Huang *et al.*, 2022) arrêtent leurs essais quand la tension mesurée aux bornes des électrodes atteint 60 V. Comme les vitesses de déshydratation ne sont pas identiques d'un essai à l'autre, la durée d'électrodéshydratation varie de 800 à 1000 s environ. Alors qu'ils observaient une cinétique plus lente pour des doses d'anthracite de 2 à 8%MS (avec un minimum à 2%MS), ils mesurent un taux de déshydratation maximum pour la dose de 6%MS (Tableau IV-11).

Tableau IV-11. Taux de déshydratation observés par l'étude de (Huang *et al.*, 2022)

Dose d'anthracite (%MS)	0%	2%	4%	6%	8%	12%
Taux de déshydratation	1,83	1,84	2,24	2,28	1,89	1,69

Ils observent que la résistance électrique apparente des boues (définie par  $U_{\text{appliquée}} = R_{\text{boues}} \times I_{\text{mesurée}}$ ) présente un minimum pour la dose de 6%MS d'anthracite ajoutée. L'augmentation de la tension aux bornes des électrodes et la montée en température des boues, au niveau de l'anode (due à l'effet joule) sont donc plus lentes. Etant donné que leurs essais sont interrompus quand une limite de tension donnée est atteinte, la durée des essais en présence de graphite est plus longue dans leur cas et permet d'atteindre des siccités plus élevées malgré une cinétique de déshydratation plus lente.

Dans notre étude, le protocole expérimental est un peu différent de celui de (Huang *et al.*, 2022) car tous les essais ont été réalisés sur une même durée. Le pourcentage de filtrat collecté par rapport à la masse d'eau initiale contenue dans la boue est présenté sur la Figure IV.12 et les taux de déshydratation dans le Tableau IV-12.

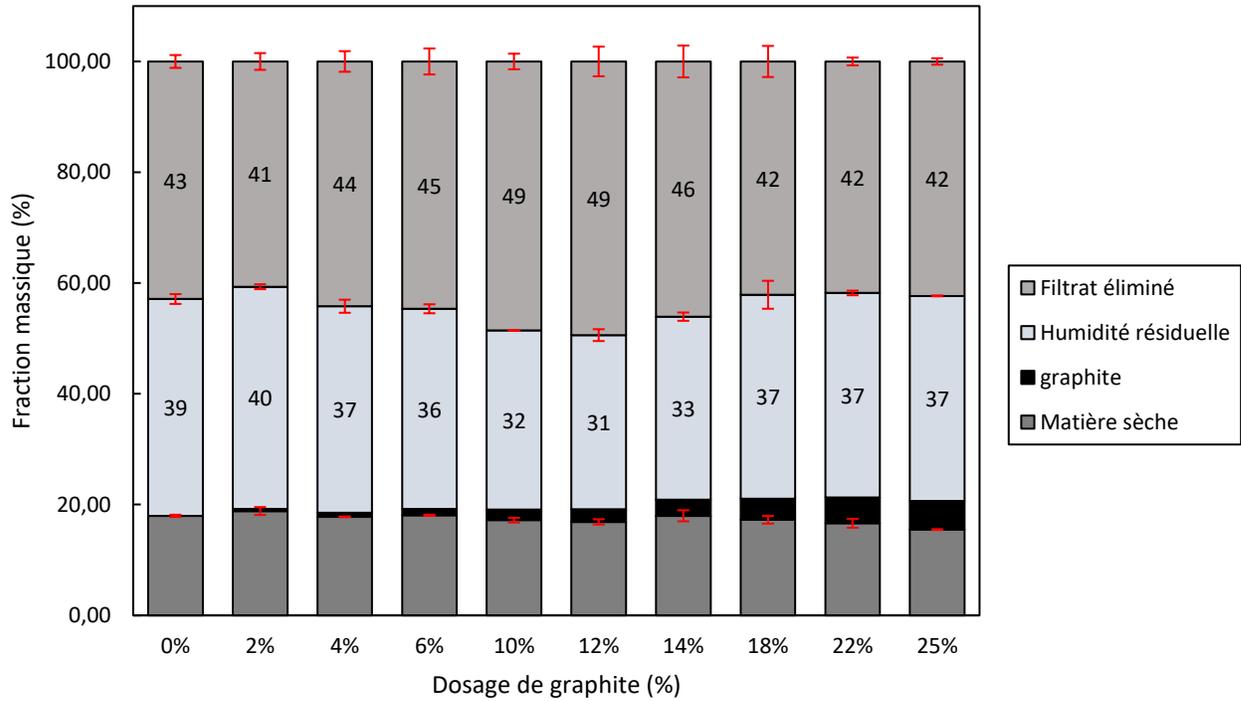


Figure IV.12. Distribution de la matière sèche résiduelle et du filtrat éliminé par EDW des boues modifiées avec le graphite

Tableau IV-12. Taux de déshydratation calculée pour les boues modifiées avec le graphite

Dose de graphite (%MS)	0%	2%	4%	6%	10%	12%	14%	18%	22%	25%
Conductivité (mS/cm)	0,9 ± 0,0	1,0 ± 0,3	---	---	---	1,3 ± 0,1	---	---	---	1,4 ± 0,0
Taux de déshydratation	1,10	1,01	1,19	1,24	1,50	1,57	1,40	1,14	1,13	1,14

A 2%MS de graphite, le taux de déshydratation est inférieur à celui de la boue brute en raison d'une cinétique trop faible malgré la réduction de la durée de l'effet retard. Puis en ajoutant plus de graphite, les cinétiques s'accélèrent tandis que la diminution de l'effet retard reste à peu près identique. Le taux de déshydratation augmente alors et devient supérieur à celui de la boue

brute. Un optimum apparaît à la dose de 12%MS qui présente une conductivité de 1,3 mS/cm. En ajoutant du graphite, la conductivité de la phase liquide va s'éloigner de celle de l'optimum d'électrodéshydratation et la cinétique devrait diminuer. Par ailleurs, si le pH dépasse 10, ce qui est possible près de la cathode (Mahmoud *et al.*, 2011; Xiao *et al.*, 2017), le phénomène de piégeage des cations par le graphite en présence d'un champ électrique devrait augmenter considérablement ce qui pourrait contribuer à réduire la couche diffuse et freiner l'électro-osmose (Kao *et al.*, 2022). Enfin, la diminution du taux de S-EPS en augmentant les doses de graphite pourraient également être défavorable à l'électrodéshydratation.

#### IV.4.2. Impact sur la consommation d'énergie

La résistance électrique des boues  $R$  est reliée à la conductivité électrique des boues  $\lambda_b$  selon

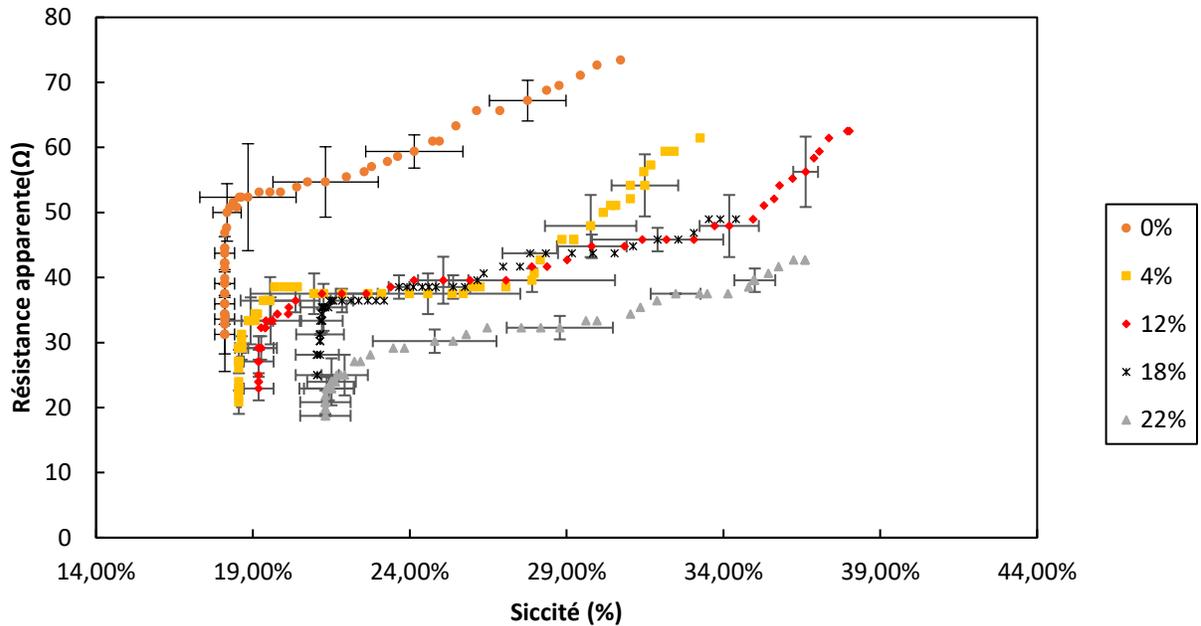
$$l'E_{DS_0 \rightarrow DS(t)} = \frac{R_{boue} \times I^2}{\frac{\epsilon D \zeta}{\mu} \times \frac{l}{\lambda_b}} = \frac{\mu}{D} \times \frac{1}{\epsilon \zeta} \times R_{boue} \times \lambda_b \times I \quad (\text{Équation IV.5. Autrement dit, une}$$

augmentation de  $\lambda_b$  par ajout d'un solide conducteur contribue à diminuer  $R$ . Par contre, l'ajout de solide tend à augmenter l'épaisseur du gâteau de boue et en principe sa résistance électrique. L'évolution de la résistance électrique du système en fonction de la quantité de solide ajoutée n'est donc pas si évidente à appréhender. Pour comparer les résistances électriques à épaisseur de boue identique, il est nécessaire de tracer l'évolution de la résistance électrique en fonction de la siccité atteinte.

D'après (Cao *et al.*, 2019), la résistance électrique des boues diminue avec l'ajout de 20%MS de graphite. Selon (Huang *et al.*, 2022) cette résistance atteint un minimum pour une dose de 6%MS

d  
,  
a  
n  
t  
h  
r  
a  
c  
i  
t  
e

En



Figure

Dans le cas d'un fonctionnement à tension constante, la résistance électrique apparente des boues tend à diminuer avec l'augmentation de la conductivité de la phase solide. Par conséquent, d'après la loi d'Ohm, l'intensité qui traverse le système tend à augmenter ( $I=U/ R$ ), ce qui est confirmé par les essais réalisés par (Cao *et al.*, 2019). Au final la puissance électrique consommée doit également augmenter du fait de l'accroissement de l'intensité avec l'ajout de graphite ( $P = U*I$ ). Cependant, si la vitesse de déshydratation (le débit de filtrat) augmente, il y a

«  
c  
o  
m  
p  
é  
t  
i  
t  
i  
o  
n

diminuer  $(E_{DS_0 \rightarrow DS(t)} = \frac{R_{boue} \times I^2}{\frac{\varepsilon D \zeta}{\mu} \times \frac{I}{\lambda_b}} = \frac{\mu}{D} \times \frac{1}{\varepsilon \zeta} \times R_{boue} \times \lambda_b \times I$  (Équation IV.5). De plus,

l'ajout de graphite entraîne en principe une augmentation de la valeur absolue du potentiel zéta, de ce fait, d'après  $(E_{DS_0 \rightarrow DS(t)} = \frac{\mu}{AD} \times \frac{L}{\varepsilon \zeta} \times I$  (Équation IV.6, la consommation d'énergie

devrait aussi diminuer. Si au contraire, elle augmente (comme c'est le cas juste après l'optimum du taux de déshydratation) alors, il y a « compétition » entre le numérateur et le dénominateur

d  
e

l  
,

R  
E  
F

—  
R  
e  
f

Les

1

Tableau

Dose	0%	2%	4%	6%	10%	12%	14%	18%	22%
Siccité	18,0%	19,2%	18,6%	19,2%	19,1%	19,2%	20,9%	21,1%	21,3
Siccité	31,4%	32,4%	33,3%	34,8%	37,7%	38,0%	38,8%	34,4%	36,6%
Énergie	0,22	0,22	0,23	0,19	0,20	0,19	0,19	0,16	0,10

3

9

Nous

5

Il

1

\  
h

#### IV.5.Conclusion

Les

- L'augmentation de la conductivité de la phase liquide augmente l'effet retard contrairement à l'augmentation de la conductivité de la phase solide ;
- L'augmentation de la conductivité de la phase liquide fait apparaître un maximum sur le paramètre cinétique  $K_{i-EDW}$  tandis que l'augmentation de la conductivité de la phase solide fait apparaître un minimum. Il est alors difficile d'établir une loi mathématique simple pour décrire l'évolution du paramètre  $K_{i-EDW}$  en fonction de la conductivité globale de la boue ( $\lambda_b$ ) ou même de la phase liquide ( $\lambda_L$ ) ;
- L'augmentation de la conductivité de la phase liquide et de la conductivité de la phase solide fait apparaître un maximum pour le taux de déshydratation lors d'essais de durée identique ;
- L'augmentation de la conductivité de la phase liquide fait apparaître un comportement en termes de consommation d'énergie difficile à décrire simplement. L'analyse est plus aisée avec l'augmentation de la conductivité de la phase solide car elle conduit uniquement à une diminution de la consommation énergétique.

P

a

r

Enfin cette étude montre qu'il est possible d'optimiser le procédé d'électrodéshydratation à intensité constante par ajout de sel ou ajout d'un solide conducteur. Toutefois, l'ajout d'un solide conducteur entraîne une augmentation de la masse de boues déshydratées. Pour pallier cet inconvénient, l'ajout d'un combustible solide et conducteur tels que l'antracite, le lignite ou du charbon actif permet d'augmenter le pouvoir calorifique des boues (Cao *et al.*, 2019) facilitant leur incinération. L'ajout d'un sel augmente également la teneur en matières sèches de la boue et peut avoir une incidence sur la valorisation agricole des boues. Si les ions  $K^+$ , par exemple, sont intéressants en agriculture, un excès peut avoir des conséquences néfastes tout comme la présence de chlore.

s

l

e

s

## Références Bibliographiques

- Bai, H., Zhu, R., An, H., Zhou, G., Huang, H., Ren, H., Zhang, Y. (2019). Influence of wastewater sludge properties on the performance of electro-osmosis dewatering. *Environmental Technology*, 40(21), 2853–2863. <https://doi.org/10.1080/09593330.2018.1455744>
- Cao, B., Wang, R., Zhang, W., Wu, H., Wang, D. (2019). Carbon-based materials reinforced waste activated sludge electro-dewatering for synchronous fuel treatment. *Water Research*, 149, 533–542. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.10.082>
- Cao, B., Zhang, W., Du, Y., Wang, R., Usher, S. P., Scales, P. J., Wang, D. (2018). Compartmentalization of extracellular polymeric substances (EPS) solubilization and cake microstructure in relation to wastewater sludge dewatering behavior assisted by horizontal electric field: Effect of operating conditions. *Water Research*, 130, 363–375. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.11.060>
- Chen, K., Lei, H., Li, Y., Li, H., Zhang, X., Yao, C. (2011). Physical and chemical characteristics of waste activated sludge treated with electric field. *Process Safety and Environmental Protection*, 89(5), 327–333. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2011.06.011>
- Citeau, M. (2012). *Combinaison innovante de traitements électriques et physico-chimiques pour améliorer la déshydratation mécanique de suspensions et boues d'origines industrielles et urbaines*. Thèse de doctorat de l'Université de Technologie Compiègne, France.
- Citeau, M., Larue, O., Vorobiev, E. (2011). Influence of salt, pH and polyelectrolyte on the pressure electro-dewatering of sewage sludge. *Water Research*, 45(6), 2167–2180. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.01.001>
- Citeau, M., Larue, O., Vorobiev, E. (2012a). Influence of Filter Cell Configuration and Process Parameters on the Electro-Osmotic Dewatering of Sewage Sludge. *Separation Science and Technology*, 47(1), 11–21. <https://doi.org/10.1080/01496395.2011.616567>
- Citeau, M., Olivier, J., Mahmoud, A., Vaxelaire, J., Larue, O., Vorobiev, E. (2012b). Pressurised electro-osmotic dewatering of activated and anaerobically digested sludges: Electrical variables analysis. *Water Research*, 46(14), 4405–4416. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2012.05.053>

- Conrardy, J.-B. (2014). *Contribution à l'étude de l'électro-compression des boues résiduaire urbaines*. Thèse de doctorat de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour, France.
- Conrardy, J.-B., Vaxelaire, J., Olivier, J. (2016). Electro-dewatering of activated sludge: Electrical resistance analysis. *Water Research*, 100, 194–200. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2016.05.033>
- Deng, W., Lai, Z., Hu, M., Han, X., Su, Y. (2020). Effects of frequency and duty cycle of pulsating direct current on the electro-dewatering performance of sewage sludge. *Chemosphere*, 243, 125372. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.125372>
- Feng, J., Wang, Y.-L., Ji, X.-Y. (2014). Dynamic changes in the characteristics and components of activated sludge and filtrate during the pressurized electro-osmotic dewatering process. *Separation and Purification Technology*, 134, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2014.07.019>
- Fievet, P., Szymczyk, A. (2002). Caractérisation des propriétés électriques des parois de pores d'une membrane. *Comptes Rendus Chimie*, 5(6–7), 493–505. [https://doi.org/10.1016/S1631-0748\(02\)01413-3](https://doi.org/10.1016/S1631-0748(02)01413-3)
- Guo, X., Wang, Y., Wang, D. (2017). Permanganate/bisulfite (PM/BS) conditioning–horizontal electro-dewatering (HED) of activated sludge: Effect of reactive Mn(III) species. *Water Research*, 124, 584–594. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.08.027>
- Huang, S., Zhou, X., Zhou, L., Huang, Z., Shen, J. (2022). Constant-current electro-dewatering of sewage sludge: Effect of anthracite modification on dehydration performance and economic benefit. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 10(1), 107087. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.107087>
- Hui, K., Song, L., Yin, Z., Song, H., Wang, Z., Gao, W., Xuan, L. (2022). Freeze–thaw combined with activated carbon improves electrochemical dewaterability of sludge: Analysis of sludge floc structure and dewatering mechanism. *Environmental Science and Pollution Research*, 29(14), 20333–20346. <https://doi.org/10.1007/s11356-021-16837-4>
- Kao, Y.-C., Shih, Y.-J., Huang, C.-P. (2022). The role of reversible and polarizable surface charge in the electro-sorption of NaCl electrolyte onto activated carbon-graphite electrode. *Chemical Engineering Journal*, 430, 132862. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.132862>

- Lee, J. E., Lee, J. K., Kim, D. S. (2010). A study of the improvement in dewatering behavior of wastewater sludge through the addition of fly ash. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 27(3), 862–867. <https://doi.org/10.1007/s11814-010-0136-4>
- Li, H., Wang, Y., Zheng, H. (2018). Variations of moisture and organics in activated sludge during Fe<sub>0</sub>/S<sub>2</sub>O<sub>8</sub><sup>2-</sup> conditioning–horizontal electro-dewatering process. *Water Research*, 129, 83–93. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.11.006>
- Li, Y., Liu, Y., Yu, X., Li, Q., Zhang, R., Zhang, S. (2020). Enhancement of sludge electro-dewaterability during biological conditioning. *RSC Advances*, 10(6), 3153–3165. <https://doi.org/10.1039/C9RA09126B>
- Li, Y., Yu, X., Zhang, S., Zhang, Y. (2021). Influences of K<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, and Al<sup>3+</sup> on electrokinetic process and conductive mechanism of sludge electro-dewatering. *Environmental Research*, 198, 111222. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2021.111222>
- Liu, C., Zhou, X., Zhou, L., Wei, Y., Liu, J. (2021). Enhancement of sludge electro-dewatering by anthracite powder modification. *Environmental Research*, 201, 111510. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2021.111510>
- Lv, H., Wang, F., Liu, D., Zhang, Y., Gu, Y., Yuan, D., Xing, S., Wu, X., Yang, J., Zhang, W., Scott, K. (2018). Effects of Piecewise Electric Field Operation on Sludge Dewatering: Phenomena and Mathematical Model. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 57(37), 12468–12477. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.8b01019>
- Mahmoud, A., Hoadley, A. F. A., Citeau, M., Sorbet, J. M., Olivier, G., Vaxelaire, J., Olivier, J. (2018). A comparative study of electro-dewatering process performance for activated and digested wastewater sludge. *Water Research*, 129, 66–82. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.10.063>
- Mahmoud, A., Olivier, J., Vaxelaire, J., Hoadley, A. F. A. (2010). Electrical field: A historical review of its application and contributions in wastewater sludge dewatering. *Water Research*, 44(8), 2381–2407. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.01.033>
- Mahmoud, A., Olivier, J., Vaxelaire, J., Hoadley, A. F. A. (2011). Electro-dewatering of wastewater sludge: Influence of the operating conditions and their interactions effects. *Water Research*, 45(9), 2795–2810. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.02.029>

- Navab Daneshmand, T., Beton, R., Hill, R. J., Gehr, R., Frigon, D. (2012). Inactivation mechanisms of bacterial pathogen indicators during electro-dewatering of activated sludge biosolids. *Water Research*, 46(13), 3999–4008. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2012.05.009>
- Navab-Daneshmand, T., Beton, R., Hill, R. J., Frigon, D. (2015). Impact of Joule Heating and pH on Biosolids Electro-Dewatering. *Environmental Science & Technology*, 49(9), 5417–5424. <https://doi.org/10.1021/es5048254>
- Olivier, J., Conrardy, J.-B., Mahmoud, A., Vaxelaire, J. (2015). Electro-dewatering of wastewater sludge: An investigation of the relationship between filtrate flow rate and electric current. *Water Research*, 82, 66–77. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.04.006>
- Olivier, J., Mahmoud, A., Vaxelaire, J., Conrardy, J.-B., Citeau, M., Vorobiev, E. (2014). Electro-Dewatering of Anaerobically Digested and Activated Sludges: An Energy Aspect Analysis. *Drying Technology*, 32(9), 1091–1103. <https://doi.org/10.1080/07373937.2014.884133>
- Qi, Y., Thapa, K. B., Hoadley, A. F. A. (2011). Application of filtration aids for improving sludge dewatering properties – A review. *Chemical Engineering Journal*, 171(2), 373–384. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2011.04.060>
- Qian, X., Wang, Y., Zheng, H. (2016). Migration and distribution of water and organic matter for activated sludge during coupling magnetic conditioning–horizontal electro-dewatering (CM–HED). *Water Research*, 88, 93–103. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.10.001>
- Rao, B., Pang, H., Fan, F., Zhang, J., Xu, P., Qiu, S., Wu, X., Lu, X., Zhu, J., Wang, G., Su, J. (2021). Pore-scale model and dewatering performance of municipal sludge by ultrahigh pressurized electro-dewatering with constant voltage gradient. *Water Research*, 189, 116611. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2020.116611>
- Raynaud, M., Vaxelaire, J., Olivier, J., Dieudé-Fauvel, E., Baudez, J.-C. (2012). Compression dewatering of municipal activated sludge: Effects of salt and pH. *Water Research*, 46(14), 4448–4456. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2012.05.047>
- Sha, L., Yu, X., Zhang, Y., Jiang, Q., Liu, X., Wu, Z., Zhang, S. (2020). Investigation on the variations of sludge water holding capacity of electro-dewatering process. *Environmental Research*, 190, 110011. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2020.110011>

- Sun, B., Xin, Y., Hao, J., Zhu, X., Yan, Z. (2017). Influence of conductivity on the electro-dewatering of sewage sludge under constant voltage. *Separation Science and Technology*, 52(15), 2429–2434. <https://doi.org/10.1080/01496395.2017.1368561>
- Szabó, T., Tombácz, E., Illés, E., Dékány, I. (2006). Enhanced acidity and pH-dependent surface charge characterization of successively oxidized graphite oxides. *Carbon*, 44(3), 537–545. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2005.08.005>
- Thapa, K. B., Qi, Y., Hoadley, A. F. A. (2009). Interaction of polyelectrolyte with digested sewage sludge and lignite in sludge dewatering. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 334(1–3), 66–73. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2008.10.007>
- Tuan, P.-A., Mika, S., Pirjo, I. (2012). Sewage Sludge Electro-Dewatering Treatment—A Review. *Drying Technology*, 30(7), 691–706. <https://doi.org/10.1080/07373937.2012.654874>
- Tuan, P.-A., Sillanpää, M. (2010a). Migration of ions and organic matter during electro-dewatering of anaerobic sludge. *Journal of Hazardous Materials*, 173(1–3), 54–61. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.08.046>
- Tuan, P.-A., & Sillanpää, M. (2010b). Effect of freeze/thaw conditions, polyelectrolyte addition, and sludge loading on sludge electro-dewatering process. *Chemical Engineering Journal*, 164(1), 85–91. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.08.028>
- Wei, Y., Zhou, X., Zhou, L., Liu, C., Liu, J. (2020). Electro-dewatering of sewage sludge: Effect of near-anode sludge modification with different dosages of calcium oxide. *Environmental Research*, 186, 109487. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2020.109487>
- Weng, C.-H., Lin, Y.-T., Yuan, C., Lin, Y.-H. (2013). Dewatering of bio-sludge from industrial wastewater plant using an electrokinetic-assisted process: Effects of electrical gradient. *Separation and Purification Technology*, 117, 35–40. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2013.06.013>
- Wu, P., Pi, K., Shi, Y., Li, P., Wang, Z., Zhang, H., Liu, D., Gerson, A. R. (2020). Dewaterability and energy consumption model construction by comparison of electro-dewatering for industry sludges and river sediments. *Environmental Research*, 184, 109335. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2020.109335>

- Xiao, J., Wu, X., Yu, W., Liang, S., Yu, J., Gu, Y., Deng, H., Hu, J., Xiao, K., Yang, J. (2017). Migration and distribution of sodium ions and organic matters during electro-dewatering of waste activated sludge at different dosages of sodium sulfate. *Chemosphere*, 189, 67–75. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2017.09.034>
- Xu, H., Shen, K., Ding, T., Cui, J., Ding, M., Lu, C. (2016). Dewatering of drinking water treatment sludge using the Fenton-like process induced by electro-osmosis. *Chemical Engineering Journal*, 293, 207–215. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.02.025>
- Yang, G. C. C., Chen, M.-C., Yeh, C.-F. (2011). Dewatering of a biological industrial sludge by electrokinetics-assisted filter press. *Separation and Purification Technology*, 79(2), 177–182. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2011.02.012>
- Yu, W., Yang, J., Wu, X., Gu, Y., Xiao, J., Yu, J., Shi, Y., Wang, J., Liang, S., Liu, B., Hou, H., Hu, J. (2017). Study on dewaterability limit and energy consumption in sewage sludge electro-dewatering by in-situ linear sweep voltammetry analysis. *Chemical Engineering Journal*, 317, 980–987. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.02.137>
- Zhang, S., Yang, Z., Lv, X., Zhi, S., Wang, Y., Li, Q., Zhang, K. (2017). Novel electro-dewatering system for activated sludge biosolids in bench-scale, pilot-scale and industrial-scale applications. *Chemical Engineering Research and Design*, 121, 44–56. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2017.02.035>
- Zhang, X., Ye, P., Wu, Y. (2022). Enhanced technology for sewage sludge advanced dewatering from an engineering practice perspective: A review. *Journal of Environmental Management*, 321, 115938. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2022.115938>
- Zhang, Y., Cao, B., Ren, R., Shi, Y., Xiong, J., Zhang, W., Wang, D. (2021). Correlation and mechanism of extracellular polymeric substances (EPS) on the effect of sewage sludge electro-dewatering. *Science of The Total Environment*, 801, 149753. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.149753>
- Zhang, Y., Lian, G., Dong, C., Cai, M., Song, Z., Shi, Y., Wu, L., Jin, M., Wei, Z. (2020). Optimizing and understanding the pressurized vertical electro-osmotic dewatering of activated sludge. *Process Safety and Environmental Protection*, 140, 392–402. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2020.05.016>



## Chapitre V. Impact de l'électrodéshydratation sur l'hygiénisation des boues

### V.1.Introduction

La valorisation en agriculture des boues biologiques issues de stations d'épuration est une pratique de plus en plus courante en France. Environ 36% des boues résiduaires urbaines produites ont été revalorisées en amendement agricole en 2019 (AMORCE, 2019). En effet, les boues résiduaires contiennent des éléments fertilisants (azote, phosphore, oligo-éléments, ...) pour les sols. Elles peuvent également améliorer la structuration des sols, lorsqu'elles sont utilisées sous forme de compost. Cependant, elles peuvent contenir des nuisibles si leurs concentrations dépassent certains seuils critiques (éléments traces métalliques, microorganismes pathogènes...). C'est pour cela que la réglementation reste stricte et en constante évolution afin de prévenir tout risque sanitaire et écologique de contamination des sols, des cultures et des eaux souterraines. En Europe, c'est la directive 86/278/EEC de 1986 qui définit la réglementation liée à l'utilisation des boues issues d'eaux usées en tant qu'amendement agricole en termes de contamination par éléments traces métalliques, mais également en termes de présence de microorganismes pathogènes. Ces réglementations sont aujourd'hui assez anciennes (de plus de 35 ans), ce qui a entraîné un certain nombre de pays européens à revoir les seuils critiques en imposant notamment des limites plus strictes (Hudcová *et al.*, 2019). Dans ce contexte, les traitements de stabilisation (réduction des réactions de fermentation entraînant entre autres des mauvaises odeurs) et d'hygiénisation (réduction voire élimination des germes pathogènes) des boues deviennent des étapes pratiquement incontournables dans les filières orientées vers la réutilisation des boues. Ils peuvent également s'avérer intéressants pour sécuriser les filières quelle que soit la destination finale (valorisation agricole ou incinération), en limitant les risques de contamination lors des phases de manutention, stockage et transport.

Bien que de nombreuses études ((Bai *et al.*, 2019; Li *et al.*, 2021; Li *et al.*, 2020; Sha *et al.*, 2021; Zhang *et al.*, 2021)) aient examiné l'influence des propriétés de la boue sur le procédé de

déshydratation, telles que le pH, la conductivité et les EPS, de nombreux aspects connexes restent encore peu étudiés. En particulier, il y a eu peu de recherche sur l'effet de ces procédés sur les communautés bactériennes et les pathogènes présents dans la boue. Il est important de noter que, étant donné que les boues sont généralement manipulées et utilisées après leur déshydratation, il pourrait être intéressant de les hygiéniser le plus tôt possible dans la filière traitement des boues (c'est-à-dire dès la déshydratation) afin de limiter au maximum les risques pour la santé humaine. Dans ce contexte, l'électrodéshydratation pourrait être un moyen intéressant d'obtenir une hygiénisation des boues dès l'étape de déshydratation (qui souvent est la première du traitement). Malgré cet intérêt potentiel, il convient de souligner que très peu d'études concernant l'impact du procédé d'EDW sur l'hygiénisation des boues ont été publiées dans la littérature scientifique. Il semble donc opportun d'engager des recherches sur cet aspect afin d'évaluer les potentialités des procédés d'électrodéshydratation à réduire les germes pathogènes et à hygiéniser (au moins en partie) les boues lors de leur déshydratation.

Quelques études (listées dans la partie I.8 du Chapitre I) ont tenté d'aborder avec différentes approches le sujet de la capacité des procédés d'EDW à réduire (voire éliminer) les germes pathogènes, cependant les résultats obtenus sont assez confus et des études complémentaires semblent nécessaires.

Ainsi, dans ce chapitre, nous avons choisi d'étudier 4 types de boues différentes, avec des propriétés physico-chimiques différentes. Nous avons également testé deux modes d'application du champ électrique (respectivement, tension et intensité imposée) afin d'évaluer l'impact de ce dernier sur la capacité d'hygiénisation. Cette dernière a été évaluée grâce à différents tests microbiologiques qui ont permis d'identifier l'état des communautés microbiennes majeures.

### V.2. Classification des bactéries

Les bactéries peuvent être classées selon plusieurs critères, notamment leur forme (cocci, bacilles, spirilles), leur structure de paroi cellulaire (gram positif, gram négatif), leur mode de nutrition (autotrophes, hétérotrophes), leur température de croissance optimale (mésophiles, thermophiles, psychrophiles), etc.

les microorganismes peuvent être classés selon différents caractères comme leur morphologie, leurs caractéristiques biochimiques et physiologiques. Il existe de plus une classification taxonomique basée sur la composition du gène codant pour l'ARNr 16S.

### V.3. Echantillons étudiés et mesures microbiologiques effectuées

L'intégralité des mesures microbiologiques ont été sous-traité et effectuée par des laboratoires spécialisés extérieurs, et les détails de la méthodologie utilisée est dans le Chapitre II. Les méthodes de mesure utilisées sont :

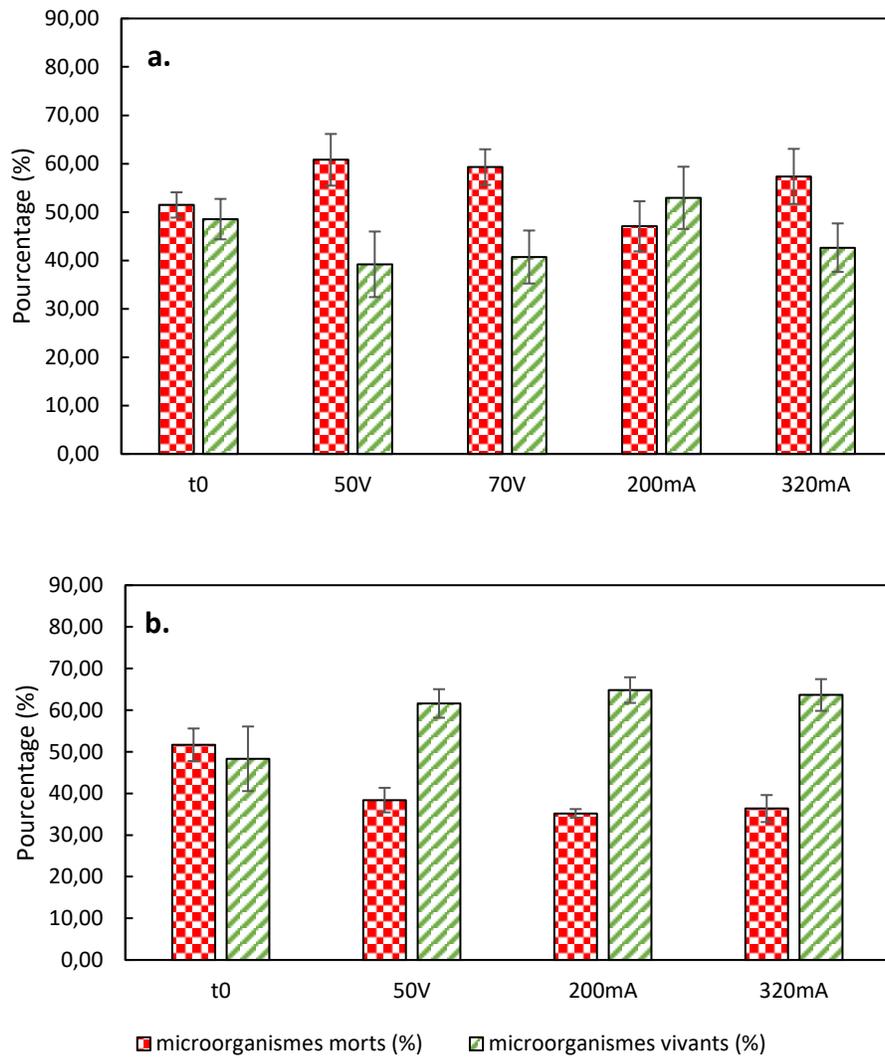
- Live and Dead : cette technique est une méthode de coloration des cellules qui permet de distinguer les cellules vivantes et les cellules mortes dans un échantillon. C'est une technique utilisée pour évaluer la viabilité des cellules et pour déterminer la proportion de cellules vivantes dans une population cellulaire. La méthode utilise des colorants différents : un colorant « vivant » qui est capable de pénétrer dans les cellules vivantes mais qui ne peut pas pénétrer dans les cellules mortes dont la membrane a été endommagée.
- PCR quantitative : cette technique permet de quantifier la quantité d'ADN ou d'ARN présente dans un échantillon. Elle repose sur le principe de la PCR (Polymerase chain Reaction), une méthode qui permet d'amplifier de manière exponentielle une séquence d'ADN spécifique. La quantification d'ADN se fait par comparaison avec des échantillons de référence connus de la séquence cible. La quantité de fluorescence est mesurée à chaque cycle d'amplification, et la quantité d'ADN est déterminée en fonction du nombre de cycles nécessaires pour atteindre un seuil de fluorescence préétabli. Cette technique très sensible, permet de quantifier de faibles quantités d'ADN ou d'ARN présentes dans un échantillon (Bustin *et al.*, 2009; Mackay *et al.*, 2002).
- Séquençage de l'ADN : cette technique permet de déterminer l'ordre précis des bases nucléotidiques dans une molécule d'ADN. Elle utilise une approche de séquençage par synthèse d'ADN, où les nucléotides sont ajoutés séquentiellement à une matrice d'ADN, tandis que la fluorescence de chaque nucléotide est enregistrée à chaque étape. Le séquençage par synthèse est basé sur l'utilisation de plateformes haut débit. Dans ces

plateformes, l'ADN est d'abord fragmenté, puis chaque fragment est amplifié par PCR pour créer des milliers de copies identiques. Ensuite, les fragments sont séquencés simultanément à l'aide d'une matrice de synthèse de l'ADN, des amorces de séquençages et des nucléotides marqués de différentes couleurs. Les bases sont ajoutées une par une à chaque cycle de synthèse, et la fluorescence de chaque nucléotide est enregistrée à chaque étape. Les signaux de fluorescence sont convertis en séquences d'ADN utilisables à l'aide d'un logiciel d'analyse de séquence (Goodwin *et al.*, 2016; Mardis, 2008; Metzker, 2010).

### V.4. Etude de l'effet de l'électrodéshydratation sur les microorganismes

#### V.4.1. Résultats des tests de viabilité réalisés par la technique Live and Dead

Les premières mesures réalisées ont été des mesures de « live and dead » qui permettent de quantifier les microorganismes vivants et les microorganismes morts. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure V.1 et montrent le pourcentage de cellules mortes et vivantes dans les échantillons de boue avant ( $t_0$ ) et après les essais d'EDW pour les différentes conditions de champs électrique appliqué (50 V, 70 V, 200 mA, 320 mA). Les essais à 70 V ont été effectués uniquement sur la boue AS-L.



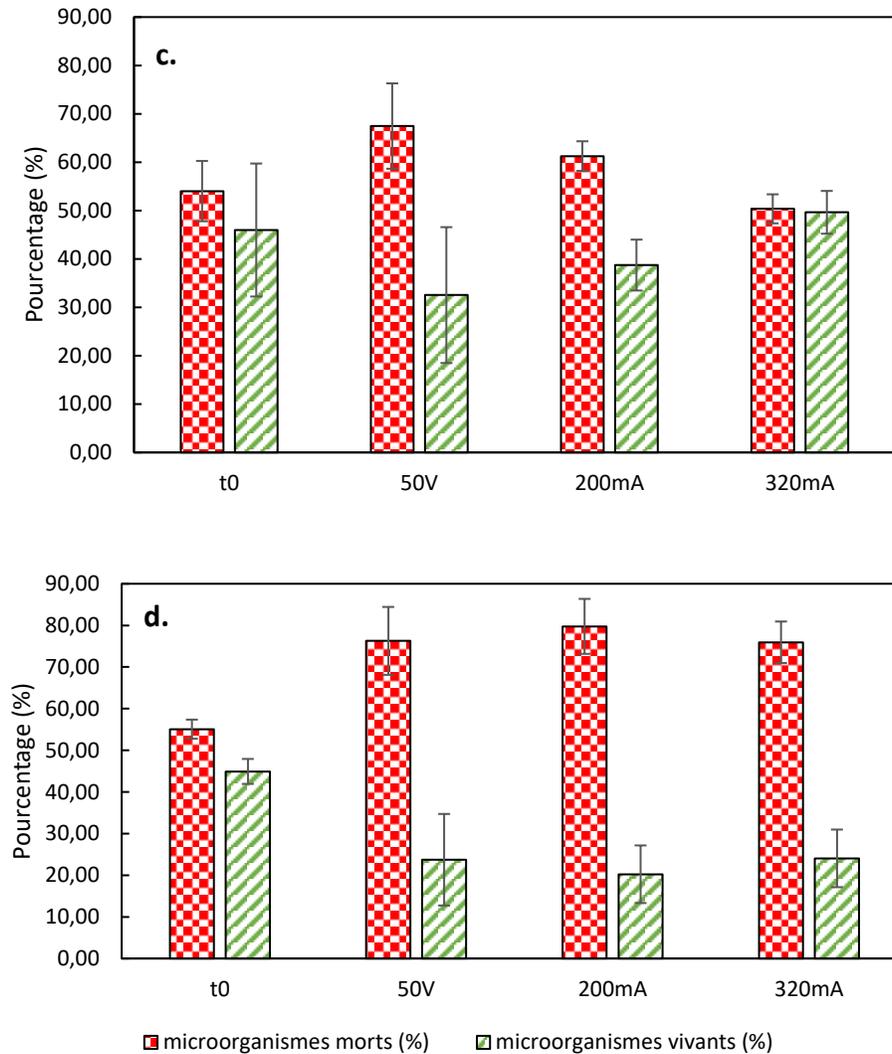


Figure V.1. Pourcentage des microorganismes vivants et morts dans les filtrats des boues brutes (t0) et dans les filtrats après essais d'EDW avec différents modes opératoires (U-EDW et I-EDW).  
a. boue AS-L ; b. boue DS-M ; c. boue IS-St ; d. boue IS-J

Les résultats montrent que les deux modes de fonctionnement U-EDW et I-EDW semblent avoir un impact en termes de destruction des microorganismes pour les différentes boues étudiées. Cependant, l'impact du champ électrique varie en fonction de la nature de la boue. Pour la boue AS-L, une légère augmentation d'environ 9% (le pourcentage représente la fraction vivante ou morte par rapport à la population totale) de la population morte a été observée en mode U-EDW, sans effet significatif de l'augmentation de la tension appliquée (dans la gamme 50 V à 70 V). En

mode I-EDW, l'électrodéshydratation n'augmente pas la quantité de microorganismes morts au sein de la boue.

Pour la boue DS-M, l'effet de l'EDW semble inversé à la tendance attendue, avec une augmentation de la population vivante sous différentes conditions. Ces résultats sont certainement dus à une erreur de reproductibilité plus grande en raison d'une activité microbienne beaucoup plus faible pour ces boues (voir plus loin, les résultats que la quantification de l'ADNc).

Pour la boue IS-St, une augmentation de plus de 13% de la population morte a été observée lors des essais en U-EDW, tandis que la proportion de la population a augmenté de 7% en mode I-EDW sous 200 mA, et aucun effet significatif quand l'intensité appliquée a été augmentée. Pour cette boue, le mode U-EDW semble voir un impact plus fort sur la communauté microbienne que le mode I-EDW. Cependant, l'intensité mesurée pendant les essais U-EDW monte graduellement jusqu'à 2 A puis baisse. Globalement, l'intensité mesurée lors des essais U-EDW est donc supérieure à celle fixée en mode I-EDW (excepté en fin d'essai).

En ce qui concerne la boue IS-J, l'effet du champ électrique a nettement influencé la répartition de la viabilité des microorganismes, quel que soit le mode de courant appliqué. Une augmentation moyenne de 22% des microorganismes inactifs a été constatée. Si l'application du champ électrique a donc bien un impact, cet effet ne dépend pas du mode électrique étudié au sein des plages de tension et d'intensité utilisées (50 V, 70 V, 200 mA et 320 mA).

Sur la base d'essais similaires de « live and dead », (Li *et al.*, 2021) obtiennent des résultats qui montrent également une augmentation du taux de microorganismes morts suite à une électrodéshydratation des boues activées. Ils ont constaté, par ailleurs, qu'un conditionnement de la boue activée par ajout de sidérite et peroxymonosulfates entraînait une augmentation de la mortalité bactérienne de 15%. Cette augmentation de mortalité était encore davantage accrue si les boues subissaient une électrodéshydratation après le conditionnement. Ainsi, avec une tension appliquée de 20V, le taux de mortalité pouvait augmenter de 34%, dépassant ainsi largement celui observé suite au conditionnement seul.

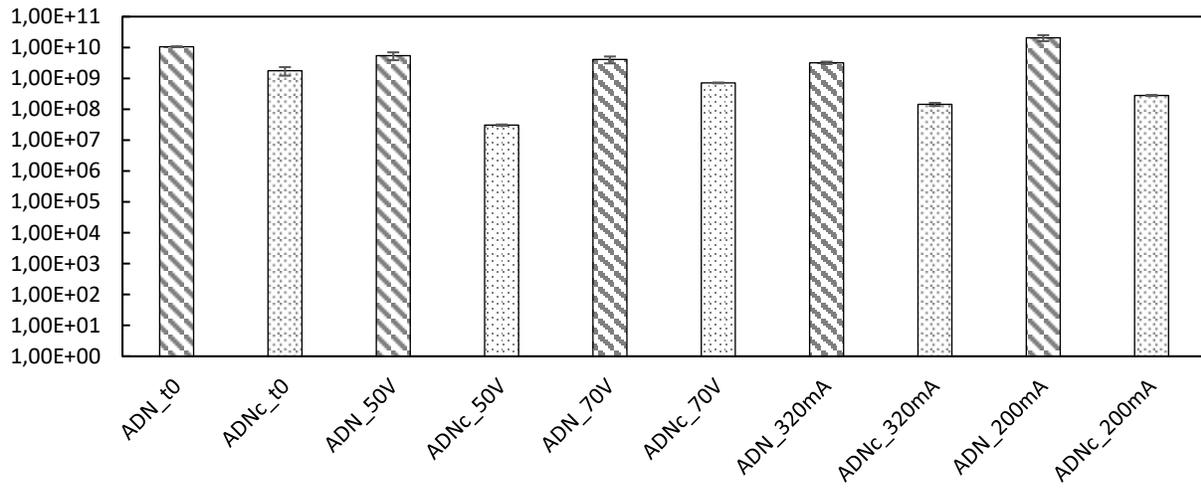
(Guo *et al.*, 2018) tentent d'expliquer ce comportement à l'intérieur des boues lors de l'électrodéshydratation, par deux phénomènes simultanés : l'électrolyse et l'effet Joule. L'électrolyse survient lorsque les ions présents dans la phase liquide de la boue réagissent avec les électrodes en réponse à un champ électrique. Lorsque le champ électrique est appliqué, les ions peuvent subir des réactions d'oxydation ou de réduction à l'électrode. Cette réaction d'électrolyse produit des gaz ( $H_2$  et  $O_2$ ) et de la chaleur. L'effet Joule, quant à lui, est une conversion d'énergie électrique en chaleur qui se produit lorsque le courant électrique traverse la boue. La chaleur générée par l'effet Joule est proportionnelle à la résistance électrique du gâteau de boue. Plus la résistance électrique est élevée, plus la quantité de chaleur produite est importante. Ces deux phénomènes combinés contribuent à une augmentation de la température dans la boue. Or les microorganismes, d'une manière générale, sont très sensibles à la température. (Navab Daneshmand *et al.*, 2012) démontrent que c'est le facteur principal de l'inactivation de *E.Coli* et des coliformes totaux lors de l'électrodéshydratation des boues.

D'après (Zhang *et al.*, 2021), les réactions qui se produisent aux électrodes seraient également responsables de la dégradation des microorganismes. La réduction de l'eau à l'anode et la baisse de pH qui en résulte pourraient provoquer la dénaturation des protéines, notamment celles des EPS, et endommager les membranes cellulaires des microorganismes.

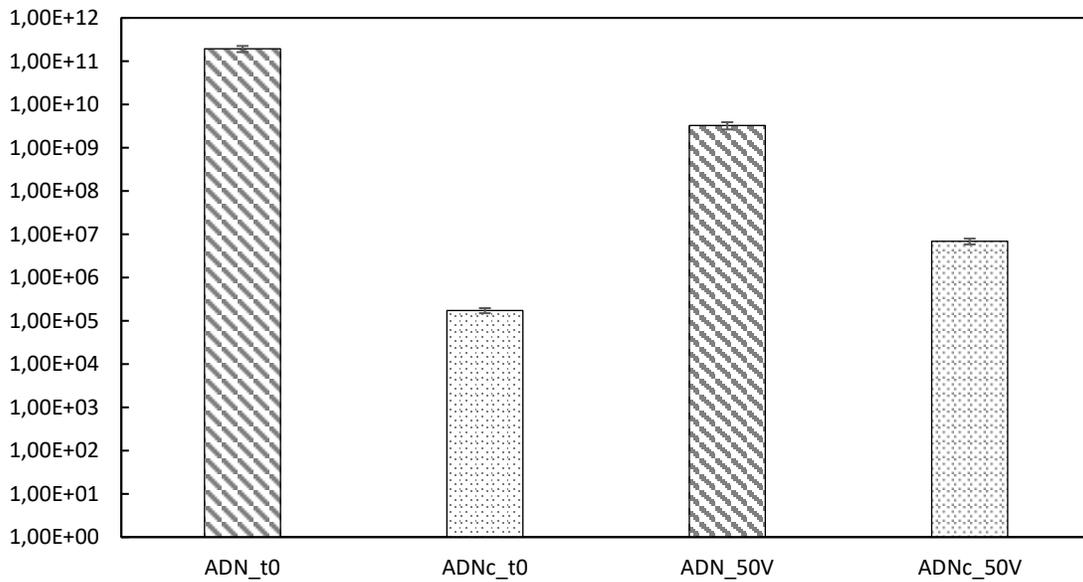
### V.4.2. Résultats des mesures de la quantification de l'activité de l'ADN des microorganismes

Ces tests PCR ont principalement été réalisés dans le cadre d'essais d'électrodéshydratation réalisés avec une tension constante égale à 50V. Des tests préliminaires ont été menés sur la boue AS-L à 50V, 70V et 320 mA, respectivement (Figure V.2.a.). Les différences entre ces différents fonctionnements ne révélant pas de différences notables, la valeur de 50V a été retenue arbitrairement pour le reste des boues. L'intégralité des résultats obtenus pour les quatre boues étudiées est présentée sur la Figure V.2. Une différence est considérée significative si elle est caractérisée par une évolution d'au minimum 2 unités log.

**a.**



**b.**



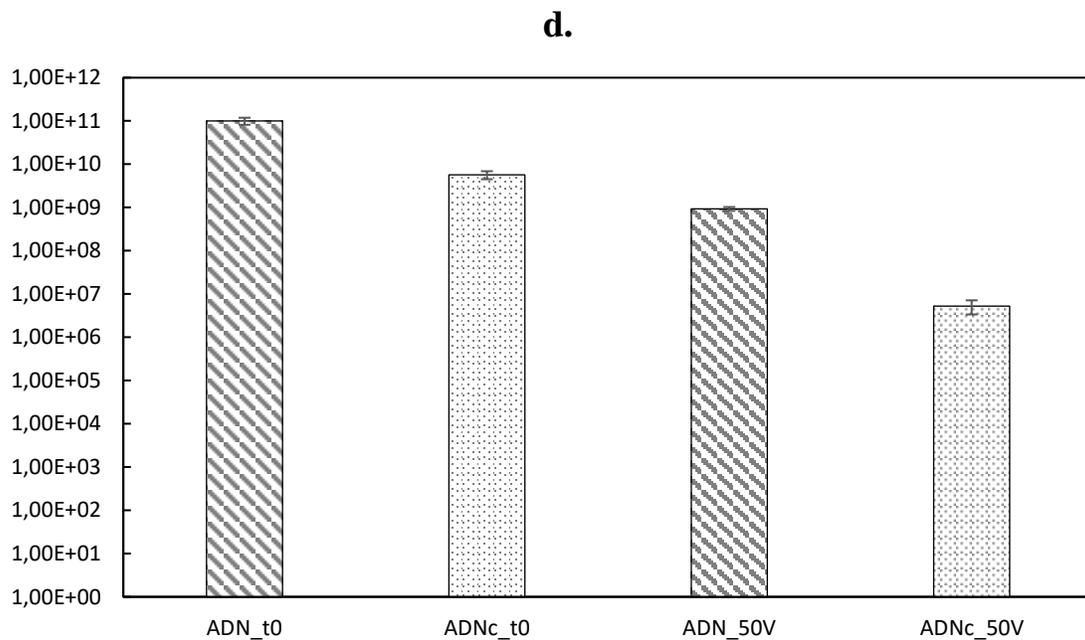
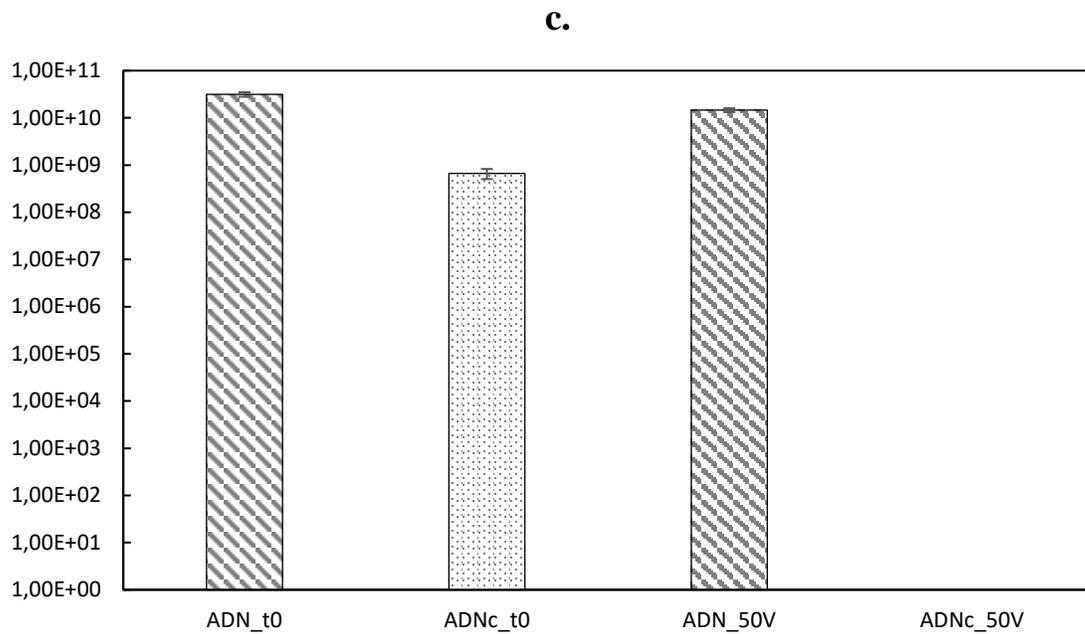


Figure V.2. Quantité de microorganismes actifs (ADN) et inactifs (ADNc) avant EDW (t0) et après EDW (50V). a. boue AS-L ; b. boue DS-M ; c. boue IS-St ; d. boue IS-J

L'ADN représente l'ensemble du matériel génétique présent dans l'échantillon de boue, incluant à la fois les microorganismes actifs et non actifs, ce qui nous permet de donner une idée générale sur la diversité des microorganismes. Les microorganismes non actifs peuvent inclure des cellules

mortes, mais également les cellules en état de « dormance », des spores ou d'autres formes inactives ou même de l'ADN libre.

L'ADNc, quant à lui représente spécifiquement le matériel génétique des microorganismes qui ont un métabolisme actif et indique donc l'activité microbienne. Elle est associée principalement aux cellules vivantes, suite à la copie de l'ADN par ARN messager, qui est produit pendant l'activité cellulaire.

Pour la boue AS-L, la seule diminution significative est remarquée pour les essais à 50 V et notamment pour l'ADNc qui est réduit de 2 unités logarithmiques.

Pour la boue IS-St, du fait du manque des données sur les microorganismes en activité (ADNc) vu qu'aucun ARN de l'échantillon provenant de la boue IS-St n'a été extrait par les chercheurs microbiologistes collaborant au projet, nous ne pouvons pas conclure sur l'activité microbienne pour cet échantillon de boue.

Pour la boue IS-J, après EDW, on constate une réduction de 2 unités log sur l'intégralité de l'ADN et une réduction de 3 unités log sur les microorganismes actifs. Ainsi, l'EDW a un réel impact sur la communauté microbienne dans cette boue.

Pour la boue DS-M, nous observons une diminution significative de 2 unités log sur l'ADN total, mais aucun changement significatif n'a été observé sur l'ADN complémentaire (qui a légèrement augmenté d'1 unité log). Ainsi, il y a une diminution de l'ADN total (et donc une diminution du nombre de cellule morte, matière organique dégradée par l'EDW), et une légère augmentation de l'activité des microorganismes actifs. Toutefois, il est à noter que la teneur en ADNc de ces boues est très inférieure (3 à 5 unités log) à celle des autres boues. Cela est certainement dû à la digestion anaérobie qui permet de stabiliser les boues et dans certains cas de les hygiéniser suffisamment. On observe, même, que la teneur initiale en ADNc des boues digérées est inférieure de plus de 2 unités log à la teneur en ADNc des autres boues après électrodéshydratation. Il apparaît que la digestion anaérobie des boues a donc un pouvoir d'inactivation des micro-organismes bien plus important que l'EDW. Cette très faible activité engendre certainement une erreur de reproductibilité plus importante expliquant l'augmentation de l'ADNc. En effet si dans certains cas, les champs électriques (à très faibles

voltages) sont utilisés pour stimuler l'activité microbienne (Zheng *et al.*, 2022), la durée relativement courte de nos essais (20 minutes) ne permettent pas une augmentation aussi importante de l'activité microbienne. Pour rappel, l'âge des boues dans un bassin activé est de plusieurs jours, c'est-à-dire que le seul doublement de la population bactérienne présentes dans les boues nécessite plusieurs jours. Par contre, de ces résultats, on peut conclure que l'EDW ne permet pas d'améliorer l'hygiénisation des boues digérées. Cela indique donc une limite du procédé d'EDW quant à sa capacité à détruire l'activité microbienne qui ne pourrait descendre en dessous d'une certaine valeur. L'EDW ne serait donc pas recommandée sur les boues digérées en termes de d'hygiénisation.

Le rapport ANDc/ADN peut être calculé pour donner une estimation rapide de l'impact de l'électrodéshydratation sur la population microbienne. Plus la valeur de ce rapport diminue après EDW plus le processus permet de réduire la quantité de microorganismes actifs.

Tableau V-1. Ratios ANDc/ADN

Echantillon	ANDc/ADN avant EDW	ANDc/ADN après EDW			
		50 V	70 V	200 mA	320 mA
AS-L	0,17	0,006	0,17	0,013	0,045
DS-M	0,0000009	0,0021			
IS-St	0,002	----			
IS-J	0,056	0,0057			

Les valeurs du rapport ANDc/ADN reportées dans le Tableau V-1 montrent que parmi les boues étudiées, les boues qui ont connues la plus forte réduction de ce rapport sont la boue AS-L à 50V et la boue IS-J. Les observations qui tendent à montrer une réduction de l'activité microbienne suite à l'électrodéshydratation des boues rejoignent les résultats de (Rumky *et al.*, 2020) qui ont rapporté une diminution du taux d'assimilation d'oxygène (Specific Oxygen Uptake Rate, SOUR) de 30 mg/L à 10-15 mg/L pour des boues anaérobies suite à une électrodéshydratation. Selon ces auteurs le SOUR est un critère de quantification de l'activité microbienne, plus il est élevé

plus la biomasse est active. Pour des boues activées ils n'observent pas de diminution significative de ce critère après électrodéshydratation. Nos observations contredisent cette étude, car dans notre cas, les boues activées (AS-L à 50V et IS-J) révèlent une diminution significative de cette activité. Par contre, la boue digérée (DS-M) connaît bien une augmentation de sa très faible activité initiale microbienne.

### V.4.3. Analyse des résultats par séquençage haut-débit de gène codant pour l'ARNr16S

Après avoir quantifier l'activité des microorganismes avant et après les essais d'EDW, nous nous sommes intéressés à identifier les différentes bactéries pour voir s'il y a un effet hygiénisant suite à une réduction des germes pathogènes. Pour se faire, nous avons utilisé la méthode de séquençage sur les ADN totaux (ADN) et les ADN complémentaires (ADNc). Nous observerons alors le changement de distribution de différentes familles au sein de la boue en fonction des conditions opératoires (en effet, cette technique nous permet une profondeur de lecture jusqu'aux familles et non au-delà ; on ne peut pas descendre au niveau du genre, de l'espèce donc le but ici est de regarder si il y a un impact sur des familles connues pour contenir des pathogènes. Par exemple *E.coli* et *Salmonella* sont classées dans la famille des *Enterobacteriaceae*).

Comme exemple, nous présenterons les résultats de la boue AS-L concernant l'ADN actif (ADNc) dans la Figure V.3.

## Impact de l'électrodéshydratation sur l'hygiénisation des boues

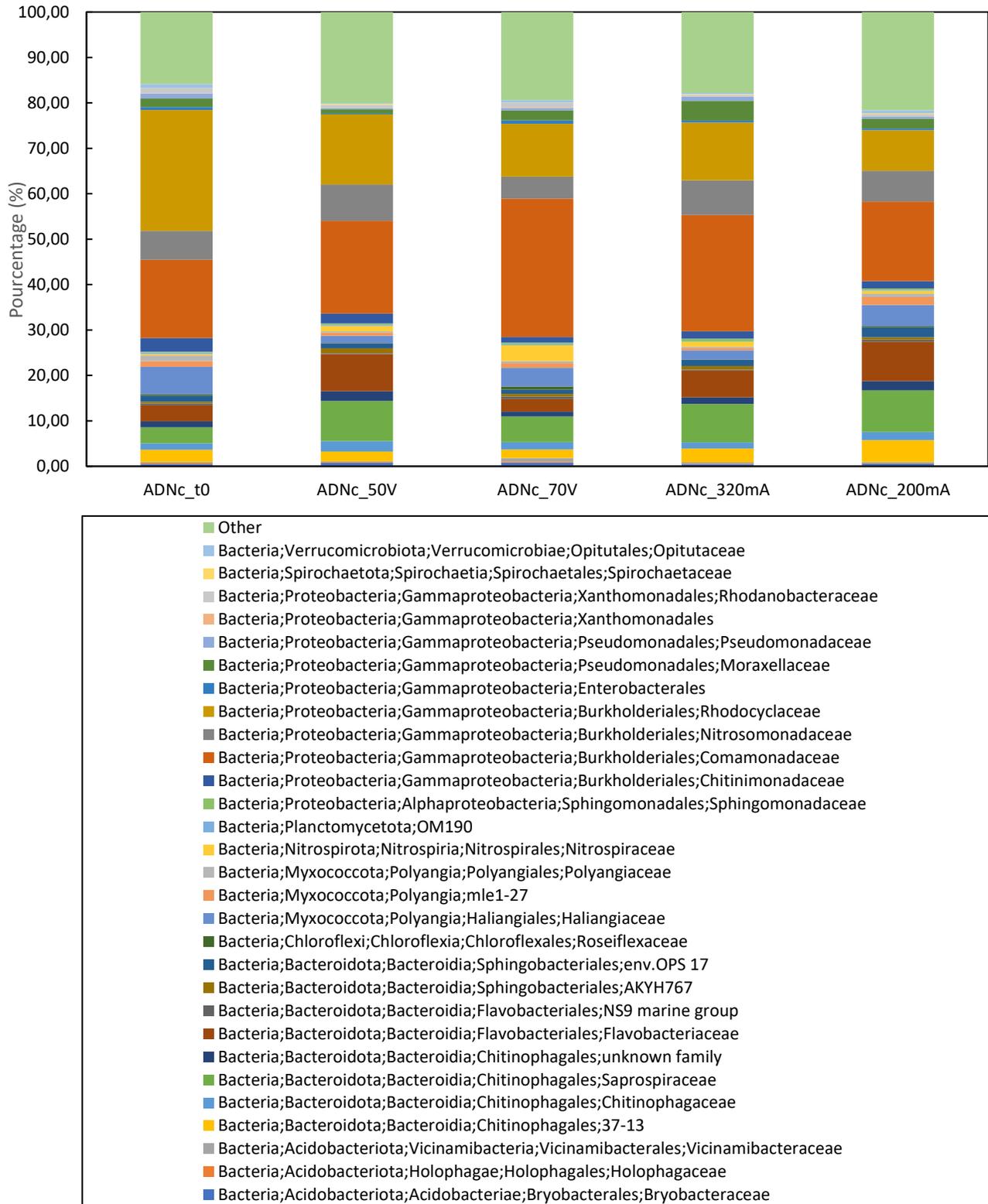


Figure V.3. Séquençage de l'ADN actif (ADNc) dans le but de visualiser l'évolution des souches bactériennes pour la boue AS-L

Les familles identifiées (représentant une grande partie de la population bactérienne de la boue étudiée) dont l'ADNc a diminué (Figure V.3) après application d'un champ électrique sont les *Pseudomonaceae*, les *Chitinimonadaceae* et les *Rhodocyclaceae* qui font partie de la famille des *Gammaproteobacteria*. L'ADNc d'autres souches a également diminué après EDW, comme les *Haliangiaceae* et les *Polyangiaceae* qui font partie de la famille des *Myxococcota*.

Les résultats de ces analyses représentent des pourcentages, et donc quand on diminue le pourcentage de certaines familles, on augmente nécessairement le pourcentage d'une autre famille. Dans le but de faire une analyse des résultats plus pertinente, nous avons choisi de coupler ces résultats de séquençage avec les résultats de PCR quantitative afin d'estimer l'évolution du nombre de bactéries avant et après l'électrodéshydratation.

#### V.4.4. Evolution de la diversité microbienne à l'échelle de la famille

Dans le but d'avoir une vision sur les évolutions, après électrodéshydratation, de la distribution des souches par famille de bactéries, nous avons couplé les résultats de PCR quantitative avec le séquençage de l'ADN. Nous avons effectué ce travail uniquement sur les boues pour lesquelles un impact significatif de l'électrodéshydratation sur la communauté bactérienne avait été observé (boue DS-M, boue IS-J et boue AS-L à 50V).

En nous basant sur les résultats présentés dans la partie **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, nous avons recherché dans un premier temps les bactéries dont la population avait diminué et les avons regroupés en familles. Par exemple, pour la boue AS-L, nous constatons une diminution significative des bactéries suivantes : *Bryobacteraceae*, *Holophagaceae* et *Vicinamibacteraceae*, ces trois bactéries appartiennent à la même famille : *Acidobacteriota* ; (Figure V.4) et peuvent être regroupées. Nous avons procédé ainsi pour l'ensemble des souches identifiées et pour toutes les boues étudiées.

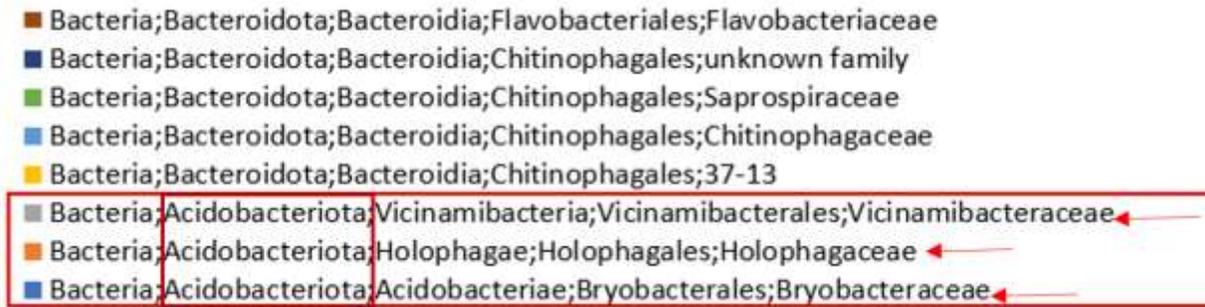


Figure V.4. Explication sur le regroupement des souches en famille

Pour analyser les résultats au niveau de chaque famille, nous avons utilisé un critère de choix relativement classique qui considère qu'une réduction est représentative si elle révèle un écart d'au moins 2 unités logarithmiques.

Il est à rappeler que l'ADN total fait référence à l'ensemble du matériel génétique présent dans l'échantillon de boue, incluant à la fois les microorganismes actifs et non actifs, ce qui nous permet de donner une idée générale sur la diversité des microorganismes. L'ADNc, quant à lui représente spécifiquement le matériel génétique des microorganismes qui ont un métabolisme actif et indique donc l'activité microbienne.

Pour identifier le caractère pathogène, et les caractéristiques des souches identifiées, nous avons consulté le site internet : <https://lpsn.dsmz.de/> qui permet de donner les informations relatives aux familles bactériennes.

La réduction des bactéries pathogènes a été précédemment observée dans quelques études, notamment sur la diminution des *E.Coli* et Salmonelles. En effet, (Rumky *et al.*, 2020) observent une réduction de 1,1 jusqu'à 2,3 unités log pour une boue activée et une boue digérée après des essais d'EDW réalisés entre 15 et 25 V. (Huang *et al.*, 2008) notent une grande diminution allant jusqu'à 11 unités log des salmonelles après EDW, avec un gradient de potentiel inférieur à 5V/cm sur des boues activées. Quant à (Navab Daneshmand *et al.*, 2012) ils notent une réduction en dessous des limites de détection pour *E.Coli*, et une détection en dessous de 1000 MPN/gMS (most probable number ; nombre le plus probable) des coliformes totaux. Dans cette étude, ils obtiennent donc une boue hygiénisée de « classe A » selon la norme (US EPA, 2003).

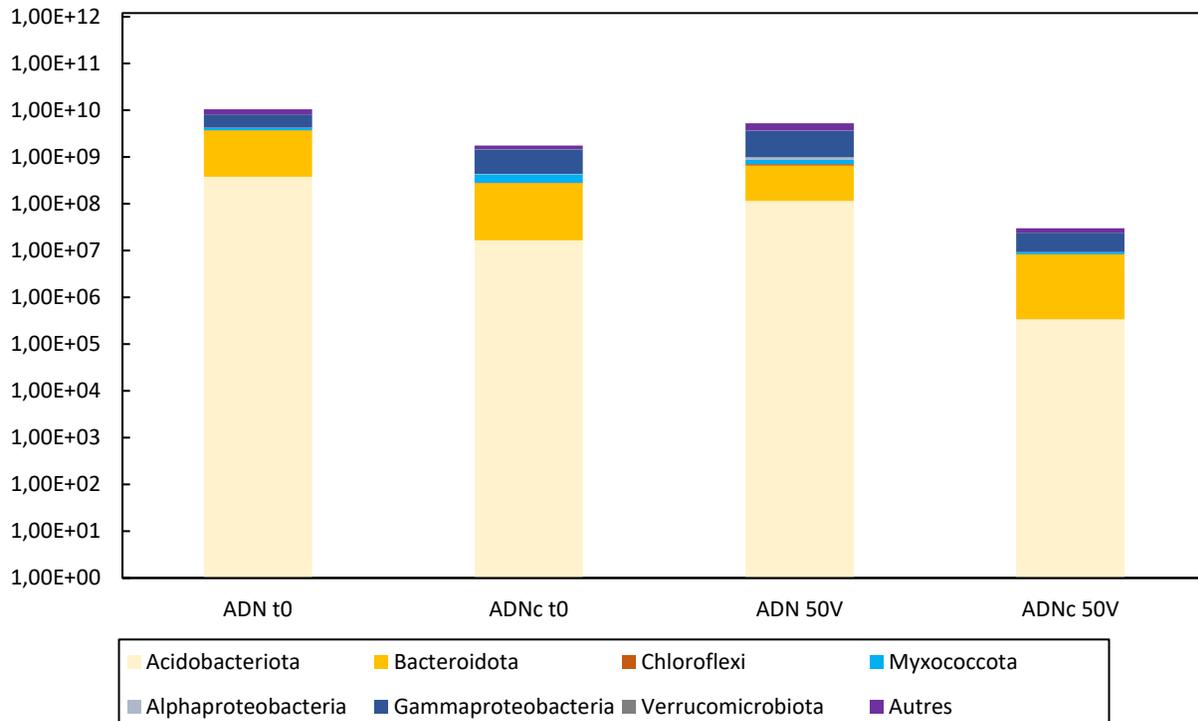


Figure V.5. Distribution des familles bactériennes avant et après U-EDW (50V) ; boue urbaine activée AS-L

Pour la boue activée AS-L, nous observons une diminution de l'ADNc (Figure V.5) pour un certain nombre de familles bactériennes (*Acidobacteriota*, *Bacteroidota*, *Chloroflexi*, *Myxococcota*, *Alphaproteobacteria*, *Gammaproteobacteria* et *Verrucomicrobiota*) suite aux essais d'EDW à 50V, mais aucune différence notable sur l'ADN total. Parmi les familles qui ont été réduite significativement, les *Bacteroidota*, famille de bactéries naturellement présente dans la flore digestive et buccale des êtres humains et des animaux, contiennent des pathogènes (souvent associés aux abcès, gangrène orale...). Parmi elles, le genre *flavobacteria* spécifiquement identifiées dans la boue AS-L contient des pathogènes également pour les poissons. La diminution de leur activité indique bien un impact de l'EDW sur la réduction des communautés bactériennes, et donc potentiellement de certaines souches pathogènes.

Tableau V-2. Quantification de l'ADNc et ADNt pour familles de bactéries identifiées, avant et après U-EDW (50V) (boues AS-L)

	ADN t0	ADNc t0	ADN 50V	ADNc 50V
Acidobacteriota	3,77E+08	1,67E+07	1,16E+08	3,41E+05
Bacteroidota	3,35E+09	2,59E+08	5,42E+08	7,96E+06
Chloroflexi	2,77E+07	5,41E+06	5,59E+07	2,13E+04
Myxococcota	4,05E+08	1,51E+08	1,53E+08	8,11E+05
Alphaproteobacteria	5,79E+07	2,89E+06	1,25E+08	8,53E+04
Gammaproteobacteria	3,93E+09	1,03E+09	2,64E+09	1,48E+07
Verrucomicrobiota	8,20E+07	1,57E+07	4,43E+07	6,40E+04
Autres	2,25E+09	2,81E+08	1,57E+09	6,16E+06

Par ailleurs, il est également intéressant de constater la réduction des *Myxococcota* (Tableau V-2) qui est une famille qui regroupe des bactéries sporuleuses qui peuvent résister à des environnements défavorables (manque d'humidité, températures extrêmes, concentration élevée en sels, pH extrême, faible disponibilité des nutriments, présence de substances toxiques, etc.). La réduction significative de cette famille indique que l'électrodéshydratation permet de réduire certaines populations de bactéries résistantes à des environnements hostiles. Les boues contenant des bactéries résistantes peuvent être considérées comme problématiques pour l'environnement, ainsi en réduisant la quantité de *Myxococcota* on peut limiter leur dispersion dans les sols, les eaux de surface et les écosystèmes ; et contribuer de ce fait à une production de boues plus saines pour une utilisation future potentielle.

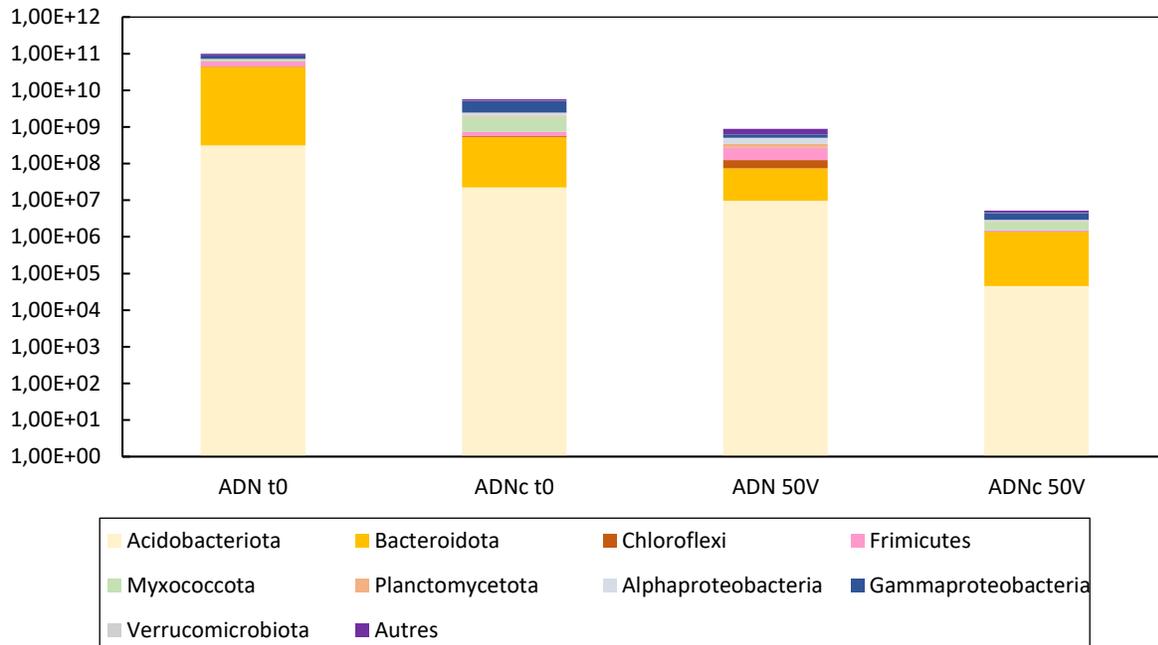


Figure V.6. Distribution des familles bactériennes avant et après U-EDW(50V) ; boue activée de fromagerie IS-J

Pour la boue industrielle de fromagerie (IS-J) nous observons la réduction de l'ADN actif et de l'ADN total pour un certain nombre de familles bactériennes listées dans le Tableau V-3 suite aux essais d'EDW à 50V (Figure V.6). Cela confirme que le procédé d'EDW a un effet significatif sur l'activité bactérienne.

Dans le Tableau V-3, sont détaillés les informations d'évolution de ces familles de bactéries.

Tableau V-3. Evolution des valeurs des familles de bactéries identifiées avant après U-EDW (50V) ; boue IS-J

	ADN t0	ADNc t0	ADN 50V	ADNc 50V
Acidobacteriota	3,15E+08	2,24E+07	9,65E+06	4,53E+04
Bacteroidota	4,37E+10	5,08E+08	6,41E+07	1,33E+06
Chloroflexi	3,15E+08	3,48E+07	5,23E+07	2,61E+04
Frimicutes	1,67E+10	1,74E+08	1,53E+08	1,18E+05
Myxococcota	6,75E+09	1,19E+09	9,51E+04	1,09E+06
Planctomycetota	2,19E+09	1,16E+08	6,69E+07	7,69E+04
Alphaproteobacteria	2,62E+09	4,09E+08	1,63E+08	2,13E+05
Gammaproteobacteria	1,67E+10	2,65E+09	1,22E+08	1,67E+06
Verrucomicrobiota	2,78E+08	5,85E+07	6,18E+05	3,24E+03
Autres	1,04E+10	5,16E+08	2,54E+08	6,77E+05

Parmi les familles de bactéries réduites suite à l'électrodéshydratation des boues (Tableau V-3) :

- Il est intéressant de constater que l'EDW a eu un impact significatif sur des souches pourtant résistantes aux milieux hostiles :
  - Les *Acidobacteriota* sont acidophiles et assez résistantes aux milieux extrêmes et sont très présentes dans les sols contaminés par des éléments traces métalliques,
  - Les *Chloroflexi* sont des bactéries thermophiles, ce qui les rend résistantes aux augmentations de températures pouvant survenir lors du procédé d'EDW,
  - Les *Myxococcota* sont capables de former des spores dans les milieux défavorables (c'est-à-dire des conditions où ces bactéries ne peuvent pas se développer efficacement, en termes de pH, de température et d'humidité),
  - Les *Gammaproteobacteria* résistent à des températures élevées, elles forment des biofilms et ont la capacité à réduire ou transformer les ions métalliques ;
- Il est intéressant d'observer la diminution significative de certaines familles contenant des souches pathogènes (*Bacteroidota*, *Frimicutes*, *Planctomycetota*, *Gammaproteobacteria*):
  - Les *Bacteroidota* sont classiquement retrouvées dans les intestins d'animaux et des êtres humains,
  - Les *Planctomycetota* sont des pathogènes qui ont la capacité de former des biofilms,
  - Parmi les *Frimicutes*, nous retrouvons plusieurs souches identifiées, notamment les *Lactobacillales* (des streptocoques), qui proviennent des intestins d'animaux et retrouvées dans le lait. Pour rappel, la boue IS-J est issue d'une industrie de fromagerie. Ces streptocoques sont assez résistants car ils peuvent former des spores et survivre dans des environnements défavorables (manque d'humidité, températures extrêmes, concentration élevée en sels, pH extrême, faible disponibilité des nutriments, présence de substances toxiques, etc.). Les bactéries *Clostridea* également de la famille des *Frimicutes* sont également des pathogènes humains qui produisent des spores.

Dans le cas des boues digérées DS-M, nous retrouvons (Figure V.7) :

- Des bactéries anaérobies notamment des *Desulfobacterota* ;
- Certaines familles pathogènes déjà identifiées pour la boue IS-J (notamment *Burkholderiales*, *Bacteroidota*, *Clostridia*, *Planctomycetota*) ;
- La présence de plusieurs autres souches pathogènes. Les *Bacilli* sont des pathogènes qui peuvent former des spores. Les *Spirochaetota* contiennent des souches pathogènes parasites opportunistes. Ce type de bactéries peuvent rester inoffensives jusqu'à ce qu'elles trouvent un hôte approprié à leur développement, et certaines souches peuvent provoquer des maladies infectieuses pour l'humain (leptospirose, maladie de Lyme, la syphilis...)

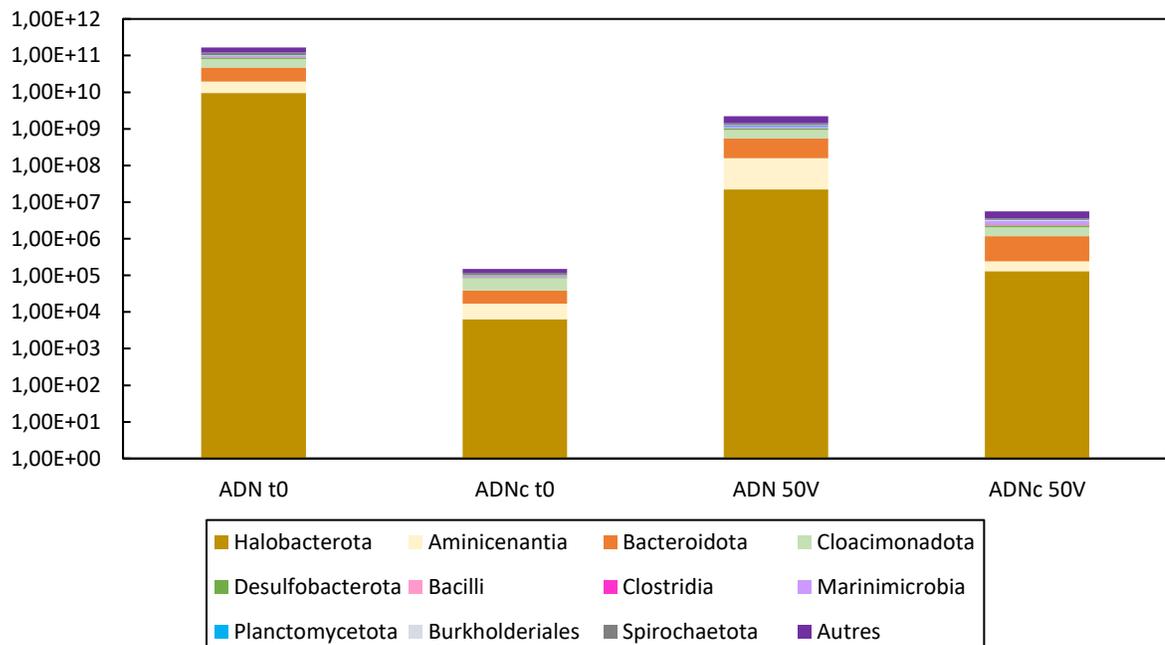


Figure V.7. Distribution des familles bactériennes avant et après U-EDW (50V) ; boue digérée urbaine (DS-M)

Nous observons la réduction de l'ADN total (Figure V.7), pour un certain nombre de familles bactériennes (listées dans le Tableau V-4) suite aux essais d'EDW à 50V, mais pas de l'ADN actif. Pour certaines familles (Clostridia, Burkholderiales), une augmentation de plus de 2 unités log de l'ADNc est même observée due certainement à une plus grande erreur de reproductibilité. L'EDW dégrade donc l'ADN non actif de ces souches sans diminuer leur activité, confirmant les résultats

précédents observés sur ces boues. Il est à noter que l'ADNc mesuré des familles présentées dans le Tableau V-4 était déjà très faible, inférieure à l'activité observée après EDW pour les 2 boues précédentes, ceci est certainement dû au procédé de digestion anaérobie des boues qui a un effet stabilisant et hygiénisant. D'après ces résultats, il est raisonnable de penser que si le champ électrique peut diminuer, dans une certaine mesure, l'activité de certaines familles bactériennes ayant une forte activité (le cas des 2 boues précédentes), le procédé n'est pas capable d'améliorer l'hygiénisation de boues avec une activité microbienne initiale très faible.

Dans le Tableau V-4, est détaillé l'évolution des familles de bactéries après EDW.

*Tableau V-4. Evolution des valeurs des familles de bactéries identifiées avant après EDW ; boue DS-M*

	ADN t0	ADNc t0	ADN 50V	ADNc 50V
Halobacterota	9,59E+09	6,32E+03	2,23E+07	1,31E+05
Aminicenantia	1,02E+10	1,05E+04	1,35E+08	1,12E+05
Bacteroidota	2,71E+10	2,13E+04	3,84E+08	9,24E+05
Cloacimonadota	3,50E+10	4,59E+04	3,90E+08	8,83E+05
Desulfobacterota	7,13E+09	5,18E+03	8,96E+07	2,92E+05
Bacilli	2,04E+09	1,44E+03	2,17E+07	1,53E+04
Clostridia	3,19E+08	1,43E+02	8,73E+06	1,21E+05
Marinimicrobia	6,79E+09	4,92E+03	8,94E+07	5,18E+05
Planctomycetota	2,08E+09	3,34E+03	6,53E+07	1,05E+05
Burkholderiales	2,43E+09	1,53E+03	6,00E+07	1,89E+05
Spirochaetota	1,81E+10	1,83E+04	1,52E+08	2,98E+05
Autres	4,55E+10	3,19E+04	7,90E+08	1,98E+06

L'ensemble de nos résultats montrent une diminution notable de l'activité d'un grand nombre de familles de bactéries qui contiennent pour la plupart des souches pathogènes. Il reste cependant difficile de comparer quantitativement les résultats des différentes études de la bibliographie au vu des différentes conditions opératoires, des différentes techniques utilisées et des différentes souches identifiées. D'après Navab Daneshmand *et al.* (2012), le mécanisme principal permettant d'expliquer la modification des populations bactériennes des boues après le procédé d'EDW est l'augmentation de température par effet Joule qui permet d'hygiéniser le

milieu. Dans notre étude, nous n'avons pas pu mesurer expérimentalement l'évolution de la température du milieu pendant les essais.

### V.5.Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié l'impact de l'EDW sur l'activité et la composition microbienne des boues dans le but d'estimer si ce procédé pourrait potentiellement hygiéniser les boues de STEP.

Les résultats indiquent que l'électrodéshydratation (EDW) des boues a une influence notable sur la population microbienne, bien que cet impact varie en fonction de la composition spécifique des boues étudiées. Il est observé que la nature du champ électrique appliqué ne semble pas avoir d'effet significatif, mais il convient de noter que cette conclusion est basée sur les paramètres opérationnels spécifiques choisis pour cette étude qui étaient limités.

Les mesures de « live and dead » ont révélé une augmentation des microorganismes morts dans certains cas, tandis que d'autres boues ont montré une augmentation de microorganismes vivants. Les tests PCR quantitative ont permis de quantifier l'activité microbienne, et là encore, des variations significatives ont été observées selon les boues. Les résultats du séquençage de l'ADN des bactéries ont montré des évolutions de la distribution des populations bactériennes suite à l'électrodéshydratation, avec une réduction notable de certaines souches pathogènes.

Les effets de l'EDW sur la population microbienne peuvent être expliqués par plusieurs mécanismes selon la littérature, tels que l'électrolyse et l'effet Joule. L'effet Joule semble être le phénomène le plus impactant mais des études supplémentaires pour identifier les mécanismes responsables de ces variations sont à effectuer lors de futurs travaux. L'effet Joule entraîne une augmentation de la température dans le gâteau de boues, ce qui tend à endommager les membranes cellulaires des bactéries. Toutefois aucune étude ne s'est intéressée à la durée d'application du champ électrique comme paramètre influant ces résultats.

Les résultats obtenus dans cette étude suggèrent que l'EDW peut avoir un effet hygiénisant (au moins partiel) sur les boues activées (mais pas sur les boues digérées) en réduisant la quantité de germes pathogènes mais avec une certaine limite quant à la réduction possible de l'activité

microbienne puisque cette étude montre également que les boues digérées sont initialement plus stabilisées et hygiénisées que les boues activées après EDW.

Cette étude fournit également des informations importantes sur les effets de l'EDW sur la communauté microbienne des boues, notamment la réduction significative de certaines populations de bactéries pathogènes. Cependant, des recherches supplémentaires sont nécessaires pour mieux comprendre les mécanismes sous-jacents et pour évaluer l'efficacité de cette technique sur une large gamme de boues et de conditions opératoires en étudiant notamment l'impact de la durée d'application du champ électrique. D'autre part, des études supplémentaires sont également nécessaires pour évaluer les mécanismes responsables de la réduction de la communauté bactérienne, et pour déterminer si ce procédé permet d'hygiéniser totalement ou partiellement la boue.

## Références Bibliographiques

- AMORCE. (2019). *Enquête sur la valorisation des boues d'épuration*. <https://amorce.asso.fr/publications>, consulté le 15 août 2022
- Bai, H., Zhu, R., An, H., Zhou, G., Huang, H., Ren, H., Zhang, Y. (2019). Influence of wastewater sludge properties on the performance of electro-osmosis dewatering. *Environmental Technology*, 40(21), 2853–2863. <https://doi.org/10.1080/09593330.2018.1455744>
- Bustin, S. A., Benes, V., Garson, J., Hellemans, J., Huggett, J., Kubista, M. (2009). The MIQE guidelines: Minimum information for publication of quantitative real-time PCR experiments. *Clinical Chemistry*, 55(4), 611–622. <https://doi.org/10.1373/clinchem.2008.112797>
- Goodwin, S., McPherson, J. D., McCombie, W. R. (2016). Coming of age: Ten years of next-generation sequencing technologies. *Nature Reviews Genetics*, 17(6), 333–351. <https://doi.org/10.1038/nrg.2016.49>
- Guo, X., Qian, X., Wang, Y., Zheng, H. (2018). Magnetic micro-particle conditioning–pressurized vertical electro-osmotic dewatering (MPEOD) of activated sludge: Role and behavior of moisture and organics. *Journal of Environmental Sciences*, 74, 147–158. <https://doi.org/10.1016/j.jes.2018.02.020>
- Huang, J., Elektorowicz, M., Oleszkiewicz, J. A. (2008). Dewatering and disinfection of aerobic and anaerobic sludge using an electrokinetic (EK) system. *Water Science and Technology*, 57(2), 231–236. <https://doi.org/10.2166/wst.2008.009>
- Hudcová, H., Vymazal, J., Rozkošný, M. (2019). Present restrictions of sewage sludge application in agriculture within the European Union. *Soil and Water Research*, 14(2), 104–120. <https://doi.org/10.17221/36/2018-SWR>
- Li, E., Wang, Y., Zhang, D., Fan, X., Han, Z., Yu, F. (2021). Siderite/PMS conditioning–pressurized vertical electro-osmotic dewatering process for activated sludge volume reduction: Evolution of protein secondary structure and typical amino acid in EPS. *Water Research*, 201, 117352. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2021.117352>

- Li, Y., Liu, Y., Yu, X., Li, Q., Zhang, R., Zhang, S. (2020). Enhancement of sludge electro-dewaterability during biological conditioning. *RSC Advances*, 10(6), 3153–3165. <https://doi.org/10.1039/C9RA09126B>
- Mackay, I., Arden, K. E., Nitsche, A. (2002). Real-time PCR in virology. *Nucleic Acids Research*, 30(6), 1292–1305. <https://doi.org/10.1093/nar/30.6.1292>
- Mardis, E. R. (2008). The impact of next-generation sequencing technology on genetics. *Trends in Genetics*, 24(3), 133–141. <https://doi.org/10.1016/j.tig.2007.12.007>
- Metzker, M. L. (2010). Sequencing technologies—The next generation. *Nature Reviews Genetics*, 11(1), 31–46. <https://doi.org/10.1038/nrg2626>
- Navab Daneshmand, T., Beton, R., Hill, R. J., Gehr, R., Frigon, D. (2012). Inactivation mechanisms of bacterial pathogen indicators during electro-dewatering of activated sludge biosolids. *Water Research*, 46(13), 3999–4008. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2012.05.009>
- Rumky, J., Visigalli, S., Turolla, A., Gelmi, E., Necibi, C., Gronchi, P., Sillanpää, M., Canziani, R. (2020). Electro-dewatering treatment of sludge: Assessment of the influence on relevant indicators for disposal in agriculture. *Journal of Environmental Management*, 268, 110689. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.110689>
- Sha, L., Yu, X., Wu, Z., Liu, X., Wang, H., Jiang, Q., Zhang, S. (2021). Study of the variations in apparent electrical resistivity of activated sludge during the electro-dewatering process. *Environmental Research*, 198, 110453. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2020.110453>
- US EPA. (2003). Environmental Regulations and Technology Control of Pathogens and Vector Attraction in Sewage Sludge. *United States Environmental Protection Agency*.
- Zhang, Y., Cao, B., Ren, R., Shi, Y., Xiong, J., Zhang, W., Wang, D. (2021). Correlation and mechanism of extracellular polymeric substances (EPS) on the effect of sewage sludge electro-dewatering. *Science of The Total Environment*, 801, 149753. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.149753>
- Zheng, Q., Huang, H., Tan, Y., Chen G., Hao T. (2022). Emerging electrochemistry-bases process for sludge treatment and resources recovery: A review. *Water Research*, 209, 117939. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2021.117939>



## Conclusion générale

L'électrodéshydratation des boues a suscité un intérêt croissant ces dernières années. La littérature est déjà riche sur les aspects liés à l'impact des paramètres opératoires sur les performances du procédé mais faiblement documentée sur l'influence des propriétés physico-chimiques des boues sur les performances du procédé et sur sa capacité à hygiéniser les boues.

Nos résultats, à l'échelle du laboratoire, sur 10 boues biologiques urbaines ou industrielles, activées ou digérées, ont révélé des relations complexes entre les paramètres physico-chimiques et les performances du procédé. Les analyses statistiques ont montré que certaines propriétés physico-chimiques telles que la teneur en MVS, la conductivité électrique et la concentration en EPS peuvent influencer ces performances. Nous avons pu établir des indices assez simples permettant d'estimer les performances du procédé :

- En termes de gain de siccité à partir uniquement de la mesure de la conductivité électrique et des matières volatiles des boues. La valeur de l'indice permet également de savoir si l'électrodéshydratation peut-être conseillée ou non sur les boues ;
- En termes de cinétique de déshydratation à partir de la siccité initiale des boues et de la teneur en S-EPS. Si ces estimations n'ont pas la même qualité que pour le gain de siccité, cela reste la première fois qu'une telle étude a été menée ;
- En termes de consommation d'énergie à partir de la siccité initiale, des matières volatiles, de la conductivité électrique et des charges de surface. Encore une fois, aucune étude n'avait été menée sur cet aspect.

Ces résultats méritent cependant d'être confirmés sur un plus grand nombre de boues.

Notre étude plus spécifique sur l'impact de la conductivité électrique d'une boue par la modification de sa composition a montré que l'équation de type équation de Helmholtz-Smoluchowski (Equation I-4 ou une variante) généralement utilisée dans la littérature pour expliquer les résultats n'est pas toujours suffisante. Cela provient du fait que la modification de la composition des boues au cours de leur électrodéshydratation entraîne une modification de

nombreux paramètres physico-chimiques interdépendants, complexifiant alors l'interprétation de cette équation. Nous avons mis en évidence que le procédé pouvait être optimisé en termes de gain de siccité en modifiant la conductivité électrique de la phase liquide à une valeur spécifique. L'ajout de sels pour modifier la conductivité électrique de la phase liquide de la boue entraîne un retard plus grand au démarrage de la déshydratation mais augmente la cinétique de déshydratation, une fois celle-ci débutée. Il existe une valeur optimale, pour laquelle l'augmentation de « l'effet retard » est largement compensée par l'augmentation de la cinétique du procédé. Une trop grande augmentation de la conductivité électrique de la phase liquide dégradera, au contraire, les performances du procédé. De plus, le procédé peut également être optimisé par l'ajout d'une dose adéquate de graphite, un solide conducteur permettant de modifier, entre autres, la conductivité électrique de la phase solide de la boue. L'ajout de graphite permet de diminuer fortement « l'effet retard » alors qu'au contraire il diminue la cinétique avec un minimum observé. Il existe là encore une dose optimale. En revanche, l'ajout de graphite est toujours favorable à la diminution de la consommation d'énergie.

Enfin, cette thèse s'est également intéressée à suivre l'évolution de la communauté microbienne après l'électrodéshydratation, aspect encore peu étudié dans la littérature. Ces travaux ont révélé que l'électrodéshydratation peut avoir un effet sur la population microbienne des boues activées, avec des variations significatives de cette dernière. Les résultats suggèrent que ce procédé peut réduire la quantité de bactéries et de germes pathogènes dans les boues activées dont l'activité microbienne est importante, mais les mécanismes sous-jacents n'ont pas été explorés lors de cette thèse et nécessitent une exploration plus approfondie. Par ailleurs, les résultats montrent, également, que les boues digérées ont une activité microbienne bien inférieure aux boues activées après électrodéshydratation. Le potentiel de stabilisation et d'hygiénisation du procédé d'électrodéshydratation semble donc bien moins important que celui de digestion anaérobie des boues.

Cette thèse a apporté des informations importantes sur l'impact des propriétés physico-chimiques des boues sur le procédé d'électrodéshydratation, ainsi que sur les effets de ce procédé sur la population microbienne des boues. Ces résultats ouvrent la voie à de nouvelles

recherches et à des perspectives prometteuses pour l'optimisation et l'application de l'électrodéshydratation dans le traitement des boues de station d'épuration comme :

- Tester les indices établis dans cette étude pour estimer les performances du procédé sur un ensemble de boues bien plus important ;
- Essayer de modifier la conductivité électrique de la phase solide des boues sans modifier la conductivité électrique totale des boues en testant d'autres adjuvants ;
- Modifier la conductivité électrique de la phase liquide avec des sels divalents ou trivalents pour éclaircir certains mécanismes tels que l'électromigration;
- Modéliser l'impact de la conductivité électrique de la phase liquide sur les performances et notamment la cinétique du procédé ;
- Étudier l'impact de la température et de la durée d'application du champ électrique pour la stabilisation et l'hygiénisation des boues par électrodéshydratation



ECOLE DOCTORALE :  
Sciences exactes et ses applications

LABORATOIRE :  
Laboratoire de Thermique Energétique et Procédés (LaTEP)

CONTACT  
[chiboub.amina@gmail.com](mailto:chiboub.amina@gmail.com)