

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET  
POPULAIRE**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche  
Scientifique**  
**Université des Sciences et de la Technologie d'Oran**  
**« Mohamed Boudiaf »**

**FACULTE D'ARCHITECTURE ET DE GENIE CIVIL**  
**DEPARTEMENT D'HYDRAULIQUE**

MEMOIRE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE DOCTORAT EN  
SCIENCE

**SPECIALITE :**       Hydraulique

**OPTION :**           Hydraulique

PRESENTE PAR

M. HAMMADI Larbi

SUJET DU MEMOIRE

***Rhéologie et écoulement des fluides complexes applications  
aux vases de barrage et boues de stations d'épuration***

SOUTENU LE : 24/11/2013

DEVANT LE JURY COMPOSE DE :

*M. BENAMARA Lakhdar*

*Pr. USTO-MB*

*PRESIDENT*

*M. BELHADRI Mansour*

*Pr. USTO-MB*

*RAPPORTEUR*

*M. PONTON Alain*

*Dir. Rech. CNRS France*

*CO-RAPPORTEUR*

*M. MEKERTA Belkacem*

*Pr. ENSET Oran*

*EXAMINATEUR*

*M. HAZZAB Abdelkrim*

*Pr. Univ. Saida*

*EXAMINATEUR*

*M. BOUDJENANE Nasr-Eddine*

*MCA USTO-MB*

*EXAMINATEUR*

## SOMMAIRE

	Pages
Résumé	
Remerciement	
Sommaire	
Liste des symboles	
Listes de tableaux	
Listes des figures	
Introduction générale et présentation du problème	1
Références bibliographiques	3
<b>Chapitre I Synthèse bibliographique sur les boues de station d'épuration et les vases de barrage</b>	<b>4</b>
I.1. Les boues stations des épurations	4
I.1.1. Définition d'une station d'épuration (STEP)	4
I.1.2. Origine des boues	5
I.1.3. Les traitements des boues dans les stations d'épuration	6
I.1.3.1. Les prétraitements physiques	6
I.1.3.2. Le traitement primaire	6
I.1.3.3. Le traitement secondaire ou digestion aérobie	7
I.1.3.4. Les traitements biologiques	8
I.1.4. Les différents types de boues	8
I.1.4.1. Les boues primaires	8
I.1.4. 2. Les boues mixtes	8
I.1.4.3. Les boues physico-chimiques	8
I.1.4.4. Les boues secondaires ou activées	9
I.1.4.4.1. Production de boues activées	9
I.1.4.4.2. Caractéristiques des boues secondaires	10
I.1.4.4.3. Structure des boues activées	10
I.1.5. Réduction de la production des boues par des traitements physicochimiques	11
I.1.5.1. Traitement des boues par peroxyde d'hydrogéné ( $H_2O_2$ )	11
I.1.5. 2. Effet de la dose de $H_2O_2$	11
I.1.5.3. Traitement des boues par l'ozonation ( $O_3$ )	13
I.1.5.4. Effet de l'ultrason et de pré-traitement sur le traitement des boues	14

I.1.5.5. Traitement thermique des boues	14
I.2. Les vases de barrage	14
I.2.1. Problème d'envasement des barrages hydraulique en Algérie	14
I.2.1. Introduction	14
I.2.2. Les moyens de lutte contre l'envasement	15
I.2.2.1. La conservation des sols	15
I.2.2.2. Le soutirage des courants de densité	15
I.2.2.3. La surélévation des digues	16
I.2.3. Le dragage des barrages	16
I.2.3.1. Les techniques de dragage	16
Références bibliographiques	18
<b>Chapitre II Traitement physico-chimiques des boues activées</b>	
<b>de station d'épuration</b>	20
II.1. Introduction	20
II.2. Matériels et méthodes	20
II.2.1. Boue utilisée	21
II.2.2. Traitement thermique de la boue	21
II.2.3. Traitement de la boue par la chaux	22
II.2.4. Traitement par H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	22
II.2.5 Détermination des différentes matières	23
II.2.5.1. Détermination des matières en suspension (MES) et des matières volatiles en suspension (MVS)	23
II.2.5.2. Demande chimique en oxygène (DCO)	23
II.2.5.3. Dosage d'azote total (NTK) (Méthode de Kjeldah)	24
II.2.5.4. Mesure de la turbidité	24
II.3. Résultats et discussions	24
II.3.1. Effet du traitement thermique sur les boues activées	
II.3.1.1. Effet du traitement thermique sur le pH des boues	24
II.3.1.2. Solubilisation de la matière minérale des boues par la chaleur	25
II.3.1.3. Effet du traitement thermique sur la biodégradabilité de la DCO	26
II.3.1.4. Effet de traitement thermique sur le taux d'abattement de la demande chimique en oxygène	27
II.3.1.5. Evolution de la turbidité en fonction du traitement thermique	28
II.3.1.6. Evolution de l'azote (NTK) et demande biologique en oxygène	

(DBO <sub>5</sub> ) en fonction de traitement thermique	30
II.3.2. Effet de traitement par le peroxyde d'hydrogène (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ) sur boues activées	31
II.3.2.1. Effet de traitement par H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sur la biodégradabilité de la demande chimique en oxygène ( DCO)	31
II.3.2.2. Solubilisation de la matière minérale des boues par H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	33
II.3.3. Effet de traitement par la chaux sur boues activées	34
II.3.3.1. Effet de traitement par la chaux sur le pH des boues actives	34
II.3.3.2. Effet de traitement par la chaux sur la DCO des boues actives	35
II.3.3.3. Effet de traitement par la chaux sur le rapport MVS/MES des boues actives	36
II.3.4. Traitement couplé Thermo-oxydant-chaux	37
II.3.4.1. Effet de traitement couplé sur le pH de la boue active	37
II.3.4.2. Effet de traitement couplé sur la DCO des boues actives	38
II.4. Conclusion	39
Références bibliographiques	40
<b>Chapitre III Etude rhéologique des vases de barrage</b>	41
III.1. Introduction	41
III.2. Matériels et méthodes	41
III.2.1. Préparation des échantillons	41
III.2.2. Moyens expérimentaux	42
III.2.2.1. Rhéomètres utilisés	42
III.3. Essais préliminaires	42
III.3.1. Effet de glissement et du diamètre sur l'écoulement de la vase	42
III.3.1.1. Effet de glissement	42
III.3.1.2. Effet de la granulométrie	43
III.3.2. Choix de la géométrie et de protocole	44
III.3.2.1. Choix de la géométrie	46
III.3.2.2. Choix de protocole	46
III.4. Résultats et discussion	46
III.4.1. Reproductibilité et stabilité des mesures	46
III.4.1.1. Reproductibilité des mesures	46
III.4.2. Stabilité de la vase (Courbes montée-descente)	47
III.4.3. Effet du temps d'agitation et la concentration sur l'écoulement de la vase	48

III.4.3.1. Effet du temps d'agitation sur l'écoulement de la vase	48
III.4.3.1.1. Evolution des paramètres rhéologiques en fonction du temps d'agitation	52
III.4.3.1.2. Evolution de la viscosité apparente en fonction du temps d'agitation	52
III.4.4. Effet de la concentration massique sur l'écoulement de la vase	54
III.4.4.1. La loi de comportement	54
III.4.4.2. Viscosité apparente	57
III.4.4.3. Courbe de maîtresse	59
III.5 Essais de fluage et dynamique	60
III.5.1. Essais de fluage	60
III.5.2. Essais dynamiques	63
III.6. Effet de la température sur le comportement rhéologique de la vase	64
III. 6.1. Effet de la température sur l'écoulement de la vase	64
III.6.2. Evolution de la viscosité limite en fonction de la température	66
III. 6.3. Effet de la température sur la déformation de la vase (essais de fluage)	68
III. 7. Etude de comportement thixotropique de la vase	71
III.7.1.1. Effet du temps repos sous la géométrie de mesure sur la restructurions de la vase	71
III.7.2. Effet de la vitesse de cisaillement sur la restructuration de la vase	73
III.7.3. Modélisation du comportement structurel de la vase	75
III.8. Etude de la capacité de reprise de structure	82
III.9. Détermination du temps de restructuration de la vase	82
III.10. Conclusion	86
Références bibliographiques	87
<b>Chapitre IV Etude rhéologiques des boues de station d'épuration</b>	89
IV.1. Introduction	89
IV.2. Matériels et méthodes	89
IV.2.1. Préparation des échantillons	89
IV.2.1.1. Boue résiduaire	89
IV.2.1.2. Boue activée	89
IV.2.2. Moyens expérimentaux	90
IV.2.2.1. Rhéomètres utilisés	90
IV.3. Résultats et discussion	90
IV.3.1. Effet du temps d'agitation sur l'écoulement de la boue résiduaire	90
IV.3.2. Effet du diamètre sur l'écoulement de la boue résiduaire	93

IV.3.3. Effet de la concentration massique sur le comportement rhéologique de la boue résiduaire	95
IV.3.3.1. Courbe d'écoulement	95
IV.3.3.2 Effet de la concentration massique sur les paramètres du modèle de Herschel-Bulkley	99
IV.3.4. Essais dynamiques	100
IV.3.4.2. Energie de cohésion	102
IV.3.5. Effet de la température sur le comportement rhéologique	103
IV.3.5.1. Effet de la température sur l'écoulement de la boue	103
IV.3.5.2. Effet de la température sur la viscosité limite de la boue résiduaire	105
IV.3.5.3. Evolution de la déformation de boue résiduaire en fonction de la température (essais de fluage)	106
IV.3.6. Evolution de la viscosité de boue activée en fonction de la température	107
IV.3.7. Effet du temps repos et de la vitesse de cisaillement sur le comportement thixotropique de la boue résiduaire	109
IV.3.7.1. Effet du temps de repos sur la restructuration de la boue résiduaire	109
IV.3.7.2 Effet de la vitesse de cisaillement sur le comportement thixotropique de la boue résiduaire	111
IV.4. Conclusion	117
Références bibliographiques	119
<b>Chapitre V Etude rhéologique des mélanges vase de barrage-boue résiduaire de station d'épuration</b>	121
V.1. Introduction	121
V.2. Préparation des mélanges	121
V.3. Caractéristique chimique de la vase et de la boue	122
V.3.1. Diffractométrie X de la vase et de la boue	122
V.3.2. Spectroscopie IR de la vase et de la boue	123
V.4. Effet de l'ajout de la boue sur l'écoulement de la vase	125
V.4.1. Protocole expérimentale	125
V.4.2.1 Effet de l'ajout de la boue résiduaire sur le seuil d'écoulement de la vase	125
V.4.2.2. Effet de l'ajout de la boue sur l'indice de consistance et d'écoulement de la vase	126
V.5. Essais de fluage	129

V.5.1 Essai de fluage de la vase seule	129
V.5.2 Essai de fluage des mélanges vase-boue résiduaire	133
V.6. Evolution de la viscosité apparente sous une vitesse de cisaillement	
Constante	134
V.6.1. Modélisation du comportement dépanadant du temps des mélanges	137
V.7. Conclusion	139
Références bibliographique	140
<b>Conclusion générale et perspectives</b>	141
Annexe 1	143
Annexe 2	144

## Remerciements

Je tiens, en tout premier lieu, à remercier monsieur Belhadri Mansour, Professeur à l'université des sciences et de la technologie Mohammed Boudiaf d'Oran USTMBO de m'avoir confié ce travail pour son soutien et pour tout ce que j'ai appris avec lui durant ce travail.

En deuxième lieu j'adresse tous mes remerciements à monsieur Ponton Alain Directeur de Recherche au laboratoire Matière et Systèmes Complexes de l'université Paris Diderot Paris 7 et Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS) France d'avoir accepté le Co-encadrement de cette thèse et de m'avoir accueilli dans son équipe de recherche. Sans son aide et soutien de tous les instants qu'il m'a apportés je n'aurais jamais terminé cette thèse. Merci pour ta gentillesse, ta disponibilité, l'attention quotidienne que tu as portée à mon travail, pour ton co-encadrement... Bref, merci pour tout !!! Et pardon pour tout le stress que je t'ai occasionné.

J'adresse tous mes remerciements à monsieur Benamara Lakhdar Professeur à l'université des sciences et de la technologie Mohammed Boudiaf d'Oran USTMBO non seulement de faire parti de ce jury mais aussi d'en être le président.

Tous mes remerciements vont à monsieur Boudjenane Nasr-Eddine Maître de conférence (A) à l'Université des Sciences et de la Technologie Mohammed Boudiaf d'Oran USTMBO pour avoir accepté de faire partie du jury et d'être examinateur de ce travail. Ainsi ses conseils, le soutien et ses diverses observations et critiques constructives m'ont permis d'améliorer la qualité de ce manuscrit.

Je remercie vivement monsieur Mekerta Belkacem Professeur à l'ENSET d'Oran pour avoir accepté de faire partie du jury et d'être examinateur de ce travail.

J'adresse aussi mes sincères remerciements à monsieur Hazzab Abdelkrim Professeur à l'Université de Saida d'avoir accepté aussi de faire partie du jury et d'être examinateur de cette thèse.

Je remercie vivement tous les membres du laboratoire de Rhéologie, Transport et Traitement des Fluides complexes USTO.

Merci aussi à tous les membres de l'équipe Structure et dynamique des systèmes complexes au laboratoire Matière et Systèmes Complexes de l'université Paris Diderot Paris 7 et Centre National de la Recherche (CNRS) France.

Enfin désolé pour ceux que j'ai oubliés.

## Nomenclatures

- $C_{mMax}$ : Concentration massique maximum de la vase en %
- $C_m$  : concentration massique en %
- $E_C$ : Énergie de cohésion en  $J/m^3$
- $J_\infty$  : Élément de Maxwell
- $J_{KV}$  : Élément de Kelvin-Voigt
- $M_V$  : Masse de la vase en g
- $M_b$  : Masse de la boue en g
- $M_t$  : Masse totale en g
- DBO : Demande biochimique en oxygène
- DCO : Demande chimique en oxygène
- $E_a$  : Energie d'activation en  $J/mol$
- $G'$  : Module élastiqué en Pa
- $G''$  : Module viscoélastique en Pa
- $G_0$ : Module d'élasticité instantanée de Maxwell en Pa
- $G_1$  : Module élastique de Kelvin- Voigt en Pa
- $H_2O_2$  : Peroxyde d'hydrogéné
- $k$  : Indice de consistance en  $Pa.s^n$
- $k_{01}$  : Consistance initial en  $Pa.s^n$
- MES : Matières en suspension en g/L
- MS : Matière sèche en g/l
- MVS : Matières volatiles en suspension en g/l
- $n$  : Indice d'écoulement (-)
- NTK : Azotes total (Azotes de Kjeldah)
- $R$  : Constante universelle des gaz en  $J.mol^{-1}.K^{-1}$
- STEP : Station d'épuration
- $J(t)$  : Complaisance élastique en  $1/Pa$
- $\eta_{int}$  : Viscosité intrinsèque de la vase en  $Pa.s^n$
- $\dot{\gamma}_c$  : Vitesse de cisaillement critique en  $s^{-1}$
- $\eta_{0app}$  : La viscosité apparente du fluide saturant en  $Pa.s^n$
- $\tau_{01}$  : Seuil initial qui correspond une concentration massique est égale zéro en Pa
- $\alpha_1, \alpha_2, \beta_1$  et  $\beta_2$  : Paramètres du modèle de Tiu et Boger

$\dot{\gamma}$  : Vitesse de cisaillement en  $s^{-1}$

$\gamma_C$  : Déformation critique en (%)

$\eta_B$  : Viscosité plastique (Bingham) en Pa.

$\eta_{lim}$  : viscosité limite en Pa.s

$\eta_{t0}$  : Viscosité initiale en (Pa.s) à  $t=0$  s

$\tau_0$  : Seuil d'écoulement en Pa

$\tau_{0dyn}$  : Seuil d'écoulement dynamique en Pa

$\tau_e$  : Contrainte d'équilibre à  $t \rightarrow \infty$  en (Pa)

$\tau_{max}$  : Contrainte de cisaillement maximale à  $t=0$  en Pa

$\tau_{t0}$  : Contrainte de cisaillement initiale à  $t=0$  s en Pa

$\tau_{y0}$  : Contrainte du seuil initiale en Pa

$\Delta\tau$  : Différence de niveau de contrainte en Pa

$\alpha$  et  $\alpha_0$  : Indice de puissance qui dépend de la vitesse de cisaillement en  $1/h$

$\Gamma$  : Vitesse de cisaillement adimensionnel

$\lambda$  : Paramètre structurel

$T$  : Contrainte tangentielle adimensionnel

$\Delta J$  : Taux de recouvrance en %

$\beta$  : Constante du temps en  $s^{-1}$

## Résumé

Cette thèse a un double objectif. Le premier est le traitement des boues activées dans le but de réduire leur production et la pollution organique. Le second est l'utilisation des boues résiduaires liquides comme un moyen de fluidification de transport des vases pendant l'opération de dragage hydrauliques des barrages.

Nous avons ainsi montré qu'un traitement thermique, adition de la chaux ou de peroxyde d'hydrogène et le traitement couplé thermique-chaux-peroxyde d'hydrogène conduisent à une diminution de la demande chimique ou biologique en oxygène, de la quantité d'azote totale associée à une diminution de matière minérale dans les boues (rapport entre la matière volatile en suspension et matière en suspension). On a conclu que parmi les traitements faits, le traitement par la chaux est le plus efficace, plus rentable et le moins couteux.

L'étude rhéologique des boues activées a clairement mis en évidence une diminution de la viscosité plastique et du seuil d'écoulement facilitant ainsi le transport des boues dans les conduites des stations de pompage.

Les mesures rhéologiques d'écoulement en régime stationnaire des vases de barrage et des boues résiduaires de station d'épuration ont été analysées de façon classique par le modèle de Herschel-Bulkley. Les effets du temps d'agitation, de la concentration massique et de la température ont été étudiés. Au cours du temps d'agitation, le vieillissement de la vase et de la boue entraîne une augmentation du seuil d'écoulement et de la viscosité apparente selon une loi de puissance en fonction du temps d'agitation. L'augmentation de la concentration massique en vase entraîne une augmentation du seuil d'écoulement et de l'indice de consistance en fonction de la concentration selon une de loi de puissance.

Les courbes d'écoulement de la vase pour différents concentrations massique, ont été modélisées par une seule courbe d'écoulement (Courbe de maîtresse). Cette courbe a montré que la variation de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement est indépendante de la concentration massique en vase. A patrie de la courbe de maîtresse on peut déduire la contrainte de cisaillement pour chaque concentration de la vase simplement en connaissant le seuil d'écoulement initial à une concentration donnée et la viscosité dynamique de la vase.

La dépendance en température de la viscosité limite à vitesse de cisaillement élevée est décrite par une loi d'Arrhenius.

Le comportement thixotrope des vases et des boues résiduelles a ensuite été étudié et analysé en introduisant un paramètre structurel dépendant du temps dans le modèle Herschel-Bulkley.

Les résultats sur les comportements rhéologiques des mélanges vases et boues résiduelles qui constituent le deuxième point central de cette thèse dans l'optique d'une valorisation de ces boues ont permis de déterminer les conditions optimales de fluidification et donc des pertes de charges pendant l'opération de dragage hydraulique des barrages

**Notons que 95% de ce travail ont été réalisés au laboratoire Matière et Systèmes Complexes (université Paris Diderot-Paris 7 et CNRS) à Paris (France) dans le cadre d'une bourse du Programme National Exceptionnel (PNE).**

## Liste des figures

### Chapitre I

Figure I.1 : Fonctionnement d'une station d'épuration (Cygler 2008).

Figure I.2: Schéma d'une filière de traitement des eaux.

Figure I.3: Schématisation du processus de traitement biologique des eaux résiduaires (D'après Salhi 2003).

Figure I.4 : Modèle structurel des boues activées proposé par Jourad et al.,1995.

### Chapitre II

Figure II.1 : Prélèvement de boues activées pour le traitement.

Figure II.2 : Montage utilisé pour le traitement thermique de la boue activée

Figure II.3: Variation du pH en fonction du temps de traitement thermique.

Figure II.4 : Evolution du rapport MVS/MES en fonction du temps de traitement pour différents température.

Figure II.5 : Evolution de la DCO en fonction du temps et de la température du traitement.

Figure II.6 : Effet du traitement thermique sur l'abattement de la DCO.

Figure II.7:évolution de la turbidité en fonction du temps de traitement thermique (température 80°C et 100°C).

Figure II.8 : Evolution de la turbidité en fonction du temps de traitement thermique (température 120°C et 140°C).

Figure II.9 : Evolution de NTK en fonction de la température.

Figure II.10 : Evolution de la turbidité en fonction du temps de traitement thermique

Figure II.11:Evolution de la DCO en fonction de la dose de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

Figure II.12 : Effet du traitement par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur l'abattement de la DCO

Figure II.13 : effet du traitement par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur rapport MVS/MES . La ligne continue correspond à un ajustement linéaire des points expérimentaux.

Figure II.14 : Effet du traitement par la chaux sur le pH des boues

Figure II.15 : Effet du traitement par la chaux de la DCO des boues.

Figure II.16 : Effet du traitement par la chaux sur l'abattement de la DCO.

Figure II.17 : Effet du traitement par la chaux sur le rapport MVS/MES. La ligne continue correspond à un ajustement linéaire des points expérimentaux.

Figure II.18 : Effet du traitement couplé sur le pH de la boue.

Figure II.19 : Evolution de la DCO en fonction du temps de traitement couplé.

Figure II.20 : Effet du traitement par la chaux sur l'abattement de la DCO de la boue.

### Chapitre III

Figure III.1 : Courbe d'écoulement à différents entrefers pour un échantillon de vase ( $C_m= 40\%$ ).

Figure III.2 : Courbe d'écoulement pour différents diamètres de la vase ( $C_m= 40\%$ ).

Figure III.3: Variation de la vitesse de cisaillement en fonction du temps pour différents contraintes appliquées ( $C_m= 30\%$ ).

Figure III.4: Variation de la vitesse de cisaillement en fonction du temps pour différents contraintes appliquées ( $C_m= 39\%$ ).

Figure III.5 : Courbe d'écoulement de la vase du barrage ( $C_m= 30\%$ ) sur trois prélèvements différents (22, 23 et 24 heures).

Figure III.6 : Courbe d'écoulement de la vase ( $C_m= 49\%$ ) sur trois prélèvements différents (24, 25 et 26 heures).

Figure III.7 : Courbe d'écoulement (montée-descente) de la vase ( $C_m= 39\%$ ) après 24 heures, 48 heures et 72 heures.

Figure III.8 : Courbe d'écoulement (montée-descente) de la vase ( $C_m= 44\%$ ) après 25 heures.

Figure III.9 : Courbe d'écoulement de la vase ( $C_m= 39\%$ ) après différents temps d'agitation.

Figure III.10 : Courbe d'écoulement de la vase ( $C_m= 44\%$ ) après différents temps d'agitation.

Figure III.11 : Evolution du seuil d'écoulement de la vase ( $C_m= 39\%$  et  $C_m=44\%$ ) en fonction du temps d'agitation.

Figure III.12 : Evolution de l'indice de consistance et de l'indice d'écoulement de la vase de la vase ( $C_m= 39\%$  et  $C_m=44\%$ ) en fonction du temps d'agitation.

Figure III.13 : Variation de la viscosité apparente de la vase ( $C_m=44\%$ ) en fonction du temps d'agitation pour différentes vitesses de cisaillement.

Figure III.14 : Variation de la viscosité initiale (Equation III.3) de la vase de ( $C_m= 44\%$ ) en fonction de la vitesse de cisaillement.

Figure III.15 : Variation de l'indice de puissance d'équation (III.3) en fonction de la vitesse de cisaillement.

Figure III.16 : Variation de la viscosité apparente en fonction du seuil d'écoulement de la vase du barrage ( $C_m= 44\%$ ).

Figure III.17 : Courbe d'écoulement de la vase pour différents concentrations massique de la vase, après 24 heures d'agitation.

Figure III.18 : Variation du seuil d'écoulement et de l'indice de consistance en fonction de la concentration massique de la vase.

Figure III.19 : Variation de l'indice d'écoulement en fonction de la concentration massique de la vase.

Figure III.20 : Evolution de l'indice de consistance en fonction d'indice d'écoulement de la vase.

Figure III.21 : Variation de la viscosité apparente de la vase en fonction de la concentration pour différents vitesse de cisaillement.

Figure III.22: Variation de la viscosité limite en fonction de la concentration massique de la vase

Figure III.23 : Courbe maîtresse de la vase.

Figure III.24 : Complaisance élastique et recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement de la vase ( $C_m=39\%$  ).

Figure III.25 : Complaisance élastique en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement de la vase ( $C_m=44\%$  ).

Figure III.26 : Complaisance élastique et recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement de la vase ( $c_m=49\%$  ).

Figure III.27: Complaisance élastique en fonction du temps pour des contraintes supérieures au seuil d'écoulement de la vase  $C_m=39\%$  44% et 49% ).

Figure III.28 : Variation de taux de recouvrance en fonction de la contrainte ( $C_m=39\%$  , 44% et 49% ).

Figure III.29 : Module élastique et visqueux en fonction de la contrainte pour une fréquence de 1 Hz ( $C_m=39\%$  , 44% et 49 % ).

Figure III.30 : Courbe d'écoulement de la vase pour différentes températures ( $C_m=40\%$ ).

Figure III.31 : Courbe d'écoulement de la vase pour différentes températures ( $C_m=45\%$ ).

Figure III.32 : Evolution du seuil d'écoulement de la vase ( $C_m=40\%$  et 45%) en fonction de la température

Figure III.33 : Evolution d'indice de consistance et de l'indice d'écoulement de la vase ( $C_m=40\%$  et 45%) en fonction de la température.

Figure 3.34 : Variation de la viscosité limite en fonction de  $1/T$

( $C_m$  = de 40% et 45 %).

Figure III.35 : Essais de fluage réalisés à différentes températures pour une concentration massique de 45% en vase à contrainte constante de 2 Pa.

Figure III.36: Variation du taux de recouvrance en fonction de la température (concentration massique 45 %).

Figure III.37 : Modèle de Burgers à 4 paramétrée associant.

Figure III.38: Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement sous une vitesse de cisaillement constante de  $15 \text{ s}^{-1}$  sans pré-cisaillement préalable pour différents temps repos après la mise place de l'échantillon dans la géométrie de mesure ( $C_m=38\%$ )

Figure III.39: Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement sous une vitesse de cisaillement constante de  $30 \text{ s}^{-1}$  sans pré-cisaillement préalable pour différents temps repos après la mise place de l'échantillon dans la géométrie de mesure ( $C_m=45\%$ ).

Figure III.40: Variation de  $\Delta\tau$  en fonction du temps de repos mise place de l'échantillon dans la géométrie de mesure sous une vitesse cisaillement constante  $25 \text{ s}^{-1}$  et  $30 \text{ s}^{-1}$ , ( $C_m= 38\%$  et  $45\%$ ).

Figure III.41 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement pour des vitesses de cisaillement entre de 15 à  $30 \text{ s}^{-1}$  ( $C_m= 40 \%$ ).

Figure III.42 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement pour des taux de cisaillement entre de 15 à  $30 \text{ s}^{-1}$  ( $C_m= 45 \%$ ).

Figure III.43 : Evolution de la contrainte maximale et d'équilibre en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m= 40\%$ ).

Figure III.44 : évolution de la contrainte maximale et d'équilibre en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m=45\%$ ).

Figure III.45 : Partie linéaire de la courbe  $\frac{1}{\eta-\eta_e}$  en fonction du temps de cisaillement  $t'$ , pour différentes vitesses de cisaillement appliquées ( $C_m=40\%$ )

Figure III.46 : Partie linéaire de la courbe  $\frac{1}{\eta-\eta_e}$  en fonction du temps de cisaillement  $t'$ , pour différentes vitesses de cisaillement appliquées ( $C_m=45\%$ ).

Figure III.47 : Evolution des paramètres  $a_1$  et  $K_2$  en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m= 40\%$ ).

Figure III.48 : Evolution des paramètres  $a_1$  et  $K_2$  en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m= 45\%$ ).

Figure III.49 : Evolution du paramètre structurel ( $\lambda$ ) en fonction du temps de cisaillement pour différentes vitesses de cisaillement ( $C_m=40\%$ ).

Figure III.50 : Evolution du paramètre structurel ( $\lambda$ ) en fonction du temps de cisaillement pour différentes vitesses de cisaillement ( $C_m= 45\%$ ).

Figure III.51 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps pour une vitesse de cisaillement de  $25 \text{ s}^{-1}$  et une déformation de 0,1 avec une fréquence de 1 Hz ( $C_m= 40\%$  et  $45\%$ ).

Figure III.52 : Evolution de la contrainte initiale et d'équilibre en fonction du temps d'application de la déformation ( $C_m=40\%$  ).

Figure III.53 : Evolution de la contrainte initiale et d'équilibre en fonction du temps d'application de la déformation ( $C_m= 45\%$ ).

Figure III.54 : Evolution du module élastique de la vase en fonction du temps pour une contrainte appliquée de 2 Pa ( $C_m=40\%$  et  $45\%$ ) et une fréquence de 1 Hz.

Figure III.55 : le rapport  $G'/G'_{\text{inf}}$  en fonction du temps pour une contrainte appliquée de 2 Pa ( $C_m= 40\%$  et  $45\%$ ) et une fréquence de 1 Hz.

#### **Chapitre IV**

Figure IV.1 : Courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour différents temps d'agitation ( $C_m= 20\%$ ).

Figure IV.2 : Courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour différents temps d'agitation ( $C_m= 30\%$ ).

Figure IV.3 : Evolution des paramètres du modèle Herschel-Bulkley en fonction du temps d'agitation ( $C_m=20\%$  )

Figure IV.4 : Evolution des paramètres du modèle Herschel-Bulkley en fonction du temps d'agitation ( $C_m= 30\%$  ).

Figure IV.5 : Courbe d'écoulement pour différents diamètres de la boue résiduaire de station d'épuration de Mascara ( $C_m= 20\%$  ).

Figure IV.7 : Courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour différentes concentration massique (20%, 25%, 30%, 33% et 38%).

Figure IV.8: Courbe d'écoulement de la boue de la zone 3 pour différentes concentrations massiques.

Figure 4.9 : Evolution du seuil d'écoulement en fonction de la concentration massique en boue résiduaire.

Figure IV.10 : Evolution de l'indice de consistance et d'écoulement en fonction de la concentration massique en boue résiduaire.

Figure IV.11 : Module élastique et visqueux en fonction de la contrainte et fréquence 1 Hz ( $C_m= 20\%, 25\%, 30\%, 33\%$  et  $38\%$ ).

Figure IV.12 : Evolution du seuil d'écoulement dynamique en fonction de la concentration massique en boue résiduaire.

Figure IV.13 : Courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour différentes températures ( $C_m= 23\%$ ).

Figure IV.14 : Courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour différentes températures ( $C_m= 28,5\%$ ).

Figure IV.15 : variation de la viscosité limite en fonction de  $1/T$  ( $C_m= 23\%$  et  $28,5 \%$ ).

Figure IV.16 : essais de fluage réalisés à différentes températures pour  $C_m=28,5\%$  en boue résiduaire à contrainte constante de 5 Pa.

Figure IV.17 : Variation du taux de recouvrance en fonction de la température (concentration massique  $28,5 \%$ ).

Figure IV.18 : Courbe d'écoulement de boue activée de station d'épuration de Mascara en fonction de la température ( $MS=2,3 \text{ g/l}$ ).

Figure IV.19 : Variation du seuil d'écoulement de boue activée de station d'épuration de Mascara en fonction de la température

Figure IV.20 : Variation de la viscosité plastique de boue activée de station d'épuration de mascara en fonction de la température.

Figure IV.21 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement pour une vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$  pour différents temps de repos ( $C_m= 23\%$ ).

Figure IV.22 : Variation de la contrainte initiale et d'équilibre en fonction du temps de repos pour une vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$  ( $C_m= 23\%$ ).

Figure IV.23 : Evolution de la viscosité apparente en fonction du temps de cisaillement pour des taux de cisaillement entre de  $25$  à  $760 \text{ s}^{-1}$  ( $C_m= 23 \%$ ).

Figure IV.24 : Variation de viscosité d'équilibre et initiale en fonction de la vitesse de cisaillement déterminé par l'équation (IV.8).

Figure IV.25 : Evolution de la contrainte de cisaillement initiale en fonction du taux de cisaillement pour une concentration massique de  $23\%$  en boue résiduaire.

Figure IV.26 : Partie linéaire de la courbe  $\frac{1}{\eta-\eta_e}$  en fonction du temps de cisaillement  $t'$ , pour différentes vitesse de cisaillement appliquées  $C_m=23\%$  en boue résiduaire.

Figure IV.27 : évolution des paramètres  $a_1$  et  $K_2$  en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m=23\%$ ).

Figure IV.28 : Variation de  $\lambda_e$  en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m=23\%$ ).

Figure 4.29 : Evolution du paramètre structurel ( $\lambda$ ) en fonction du temps de cisaillement pour différentes vitesses de cisaillement.

Figure IV.30 : Comparaisons entre la contrainte de cisaillement expérimentale et le modèle proposé (Equation IV.14).

## Chapitre V

Figure V.1 : Préparation des mélanges.

Figure V.2 : Diagramme de diffraction X de la vase.

Figure V.3 : Diagramme de diffraction X de la boue.

Figure V.4 : Spectroscopie IR de la vase.

Figure V.5 : Spectroscopie IR de la boue.

Figure V.6 : Courbes d'écoulement du mélange 40% vase+(13,17,20 et 23%) boue résiduaire.

Figure V.7 : Courbes d'écoulement du mélange 45% vase +(5,9,17 et 23%) boue résiduaire.

Figure V.8 : Taux d'abattement du seuil d'écoulement en fonction de la concertation massique de la boue résiduaire ajoutée à la vase (45% et 40%)

Figure V.9 : Evolution de l'indice de consistance en fonction de la concentration massique de la boue résiduaire ajoutée à la vase (45% et 40%)

Figure V.10: Evolution d'indice d'écoulement en fonction de la concentration massique de la boue résiduaire ajoutée à la vase (45% et 40%)

Figure V.11 : Courbe de fluage-recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement de la vase seule ( $C_m=$  de 40 %).

Figure V.12 : Courbe de fluage-recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement de la vase seule ( $C_m=$  de 45 %).

Figure V.13 : Evolution de la viscosité newtonienne en fonction de la contrainte pendant la phase de fluage et de recouvrance de la vase ( $C_m=$  45%).

Figure V.14 : Courbe de fluage-recouvrance en fonction du temps pour des contraintes supérieures au seuil d'écoulement de la vase ( $C_m=$  40% et 45 %).

Figure V.15 : Courbe de fluage-recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement du mélange 45% vase -23% boue.

Figure V.16 : Courbes de fluage-recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement du mélange 45% vase -17% boue résiduaire.

Figure V.17 : Evolution de la viscosité apparente du mélange 45% vase -9% boue résiduaire en fonction de temps pour différents temps de repos  $\dot{\gamma} = 25s^{-1}$ .

Figure V.18 : Evolution de la viscosité apparente du mélange 45% vase -17% boue en fonction de temps pour différents temps de repos  $\dot{\gamma} = 25s^{-1}$ .

## Liste des tableaux

### Chapitre II

Tableau III.1 : Caractéristiques initiales de boue utilisée pour le traitement.

### Chapitre III

Tableau III.1 : Concentrations massiques des échantillons de vase étudiés.

Tableau III.2 : Valeurs de  $\tau_{t0}$  et  $\alpha$  de l'équation (III.2).

Tableau III.3 : Valeurs de  $\tau_{01}$ ,  $K_{01}$ , b et  $b_1$ .

Tableau III.4 : Variation de  $\eta_{0app}$ ,  $\eta_{int}$  et de  $C_{mMax}$  en fonction de la vitesse de cisaillement.

Tableau II.5 : Valeurs du seuil d'écoulement calculé en écoulement et par les essais de fluage.

Tableau III.6 : Valeurs des paramètres d'équation d'Arrhenius.

Tableau III.7 : Paramètres de fluage du modèle de Burger.

Tableau III.8 : Paramètres de recouvrance du modèle de Burger.

Tableau III.9 : Valeurs des viscosités initiale, d'équilibre et  $\lambda_e$ .

Tableau III.10 : Valeurs des paramètres  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ ,  $\beta_1$  et  $\beta_2$  du modèle Tiu et Boge.

### Chapitre IV

Tableau IV.1 : Préparation des concentrations massiques de la boue

Tableau IV.2 : Evolution du seuil d'écoulement, indice de consistance et de l'indice d'écoulement en fonction des diamètres de la boue résiduaire ( $C_m=20\%$ ).

Tableau IV.3 : Variation de  $\tau_0$ ,  $\tau_1$  et de la vitesse critique en fonction de la concentration massique.

Tableau IV.4 : Evolution des paramètres du modèle Oswald en fonction de la concentration massique en boue résiduaire (zone 3).

Tableau IV.5 : Valeurs du seuil déduit des mesures en écoulement et par les essais dynamique pour  $G'$

Tableau IV.6 : Evolution de l'énergie cohésion et de la déformation critique en fonction de la concentration massique en boue.

Tableau IV.7: Paramètres du modèle d'Herschel- Bulkley en fonction de la température.

Tableau IV.8 : Evolution des paramètres de l'équation d'Arrhenius en fonction de la concentration massique.

## Chapitre V

Tableau V.1 : Préparation des concentrations massiques des mélanges (vase+boue).

Tableau V.2 : Paramètres du modèle Kelvin-Voigt  $c_m= 40\%$  en vase.

Tableau V.3 : Paramètres du modèle Kelvin-Voigt ,  $C_m= 45\%$  en vase.

Tableau V.4 : Paramètres du modèle Kelvin-Voigt, 45% vase -17% boue résiduaire.

Tableau V.5 : Paramètres du modèle Kelvin-Voigt, 45% vase -23% boue résiduaire.

Tableau V.6 : Valeurs de  $K_2$  et  $\frac{\eta_\infty}{\eta_0}$  des mélanges vase-boue résiduaire pour différents temps de repos.

## **Introduction générale et présentation du problème**

Le traitement des eaux usées dans les stations d'épuration conduit généralement à la formation d'une grande quantité de boues. Celles-ci se présentent à la sortie de la station d'épuration comme un fluide visqueux chargé à forte concentration en matière sèche. Cette production de boue présente des risques environnementaux, écologiques, sociaux, juridiques et économiques.

Il est nécessaire de trouver des solutions pour la dégager des stations d'épuration en l'utilisant dans différents domaines tels que la fertilisation des sols, production d'énergie après calcination et dans le domaine du génie civil (couche de base pour les routes). Ces procédures s'avèrent très coûteuses, par exemple en Europe, le coût d'élimination d'excès de boues représente 60% du coût d'exploitation d'une station d'épuration (Paul 2006). La méthode d'élimination des boues par le traitement biologique est aussi élevée, environ de 35% à 60% du coût de fonctionnement d'une station d'épuration (Neyens 2003).

Il existe une technique plus simple qui est l'épandage agricole mais cette technique est très limitée en Algérie (Hammadi 2012).

En outre, les méthodes d'élimination classique de mise en décharge ou l'incinération causent des problèmes de pollution et une installation d'incinération est assez chère. Cependant cette technique réduit le volume et la masse de boues en excès.

Plusieurs études ont porté sur les traitements physiques, chimiques et biologiques dans le but de réduire la production des boues, tels que le traitement mécanique par ultrasons (Na 2007 ; Saktaywin 2005), le traitement chimique par l'ozone (Dytctzak 2007 ; Nagare 2005), le traitement par acide ou alcalin (Lin 1998) et l'hydrolyse biologique avec ou sans ajout d'enzymes.

Le coût du traitement par l'ozone est généralement plus élevé par rapport au traitement physique. Certains chercheurs ont combiné le traitement par l'ozone et le traitement biologique afin de minimiser la production de boues (Song 2003 ; Bougrier 2006).

On propose dans cette étude une autre technique moins coûteuse et plus pratique. Cette technique est basée sur l'utilisation de boues résiduaire comme un moyen de réduction de pertes de charge pendant l'opération de dévasement des barrages hydrauliques afin de faciliter le transport des vases vers le lieu de stockage.

Ce problème d'envasement touche tous les pays de monde, avec un taux d'envasement qui varie d'une région à l'autre. Cependant les pays les plus concernés ce problème sont les pays par et les pays les plus touché par ce phonème sont les pays magrébins avec en première position le Maroc puis l'Algérie et la Tunisie. En Algérie plus d'une quinzaine de barrages sont menacés par ce phénomène, ils reçoivent plus de 30% de vase totale déposée annuellement dans les 52 grands barrages. Pour cela l'agence nationale des barrages a lancé dans les années 2000 et 2001 un vaste programme de dévasement des barrages les plus affectés en utilisant les techniques de dragage.

Le but du présent travail est d'une part de trouver des solutions pour l'élimination de la production des boues par des traitements physico-chimiques et d'autre part d'utiliser des boues résiduaires de station d'épuration comme un moyen de réduction des pertes de charges pendant l'opération du dévasement des barrages hydrauliques. Le plan du manuscrit est le suivant :

Le premier chapitre consister une synthèse bibliographique sur les boues de station d'épuration et les vases des barrages.

Une étude rhéologique complète de la vase de barrage utilisée dans cette étude puis des boues de station d'épuration fait l'objet du chapitre 3 et 4 respectivement.

Le quatrième chapitre est consacré à l'étude rhéologique des boues de station d'épurations.

La valorisation de boues d'épuration dans l'opération de dragage des barrages hydrauliques en utilisant les mesures rhéologiques est présentée dans le cinquième chapitre.

Le travail se termine par des conclusions résumant les principaux résultats et des perspectives.

## Références bibliographiques

- Bougrier C., Albasi C., Delgenès J.P, Carrère H. Effect of ultrasonic, thermal and ozone pre-treatments on waste activated sludge solubilisation and anaerobic biodegradability. *Chemical Engineering and Processing* 2006, (45 ):711–718.
- Dytctzak M.A., Londry K.L. , Siegrist H.K., Oleszkiewicz J.A. Ozonation reduces sludge production and improves denitrification. *Water research* 2007, (41):543-550.
- Hammadi L., Ponton A., Blhadri M. Effects of heat treatment and hydrogen peroxide (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) on the physicochemical and rheological behavior of an activated sludge from a water purification plant. *Procedia Engineering* 2012, (33): 293 – 302.
- Lin J.G., Ma Y.S., Huang H. Alkaline hydrolysis of the sludge generated from a high-strength, nitrogenous-wastewater biological-treatment process. *Bioresourcre Tehchnology* 1998, (65):35-42.
- Na S., Kim T.H. , Khim J. Physiochemical properties of digested sewage sludge with ultrasonic treatment. *Ultrasonics Sonochemistry* 2007, (14 ):281–285.
- Nagare H., Soyama T., Weerapakkaron J. Advanced sewage treatment process with excess sludge reduction and phosphorus recovery. *Water research* 2005, (39):902-910.
- Neyens E., Baeyens J. A review of classic Fenton's eroxidation as an advanced oxidation technique. *Journal of Hazardous Materials* 2003, ( 98):33–50.
- Paul E., Camacho P., Sperandio M., Ginestet P. Technical and economical evaluation of a thermal, and two oxidative technique for the reduction of excess sludge production. *Process Safety and Environmental Protection* 2006, (84) : 247-252.
- Saktaywin W., Tsuno H., Nagare H., Soyama T., Weerapakkaron J. Advanced sewage treatment process with excess sludge reduction and phosphorus recovery. *Water Research* 2005, (39): 902–910.
- Song K., Choung Y., Ahn K., Cho J., Yun H. Performance of membrane bioreactor system with sludge ozonation process for minimization of excess sludge production. *Desalination*. 2003, (157 ) :353-359

## **Chapitre I Synthèse bibliographique sur les boues de station d'épuration et les vases de barrage**

### **I.1. Les boues de stations des épurations**

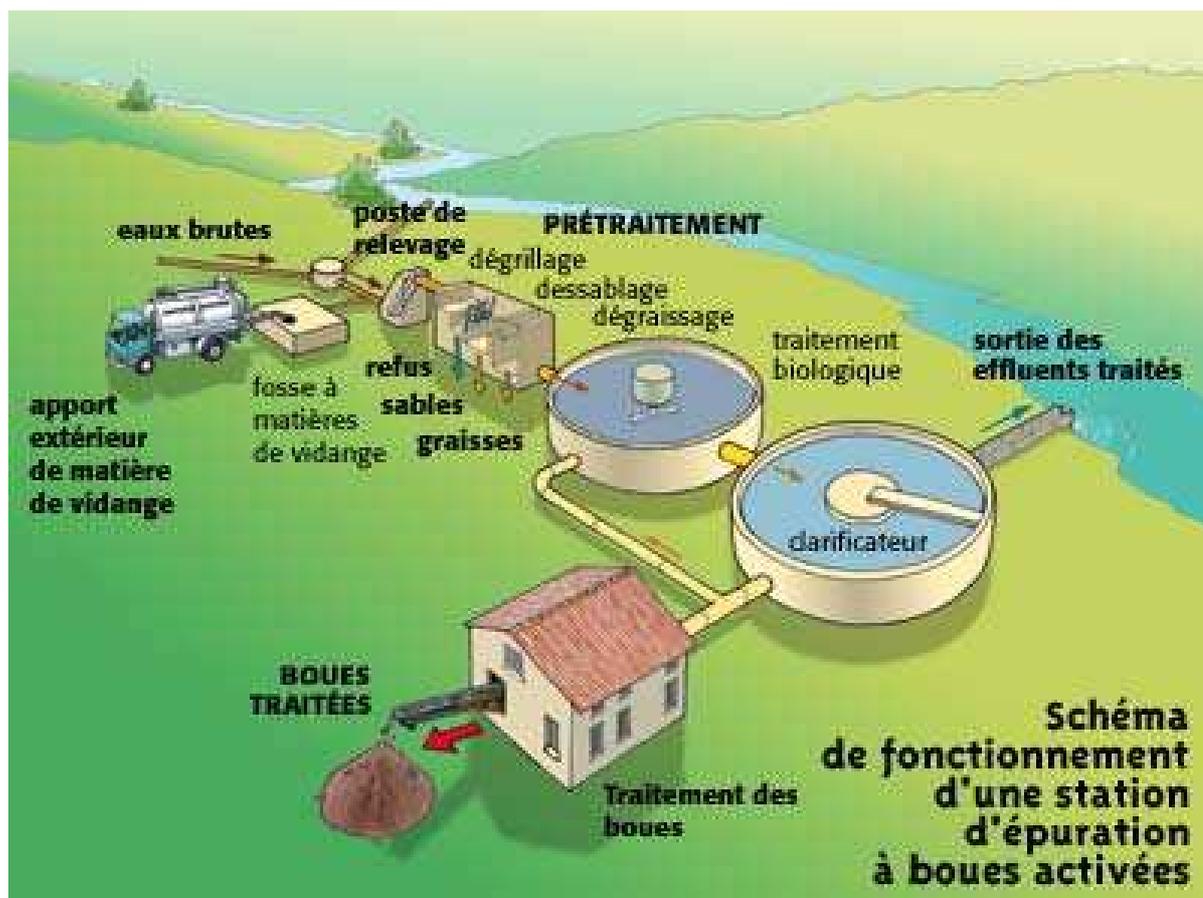
#### **I.1.1. Définition d'une station d'épuration (STEP)**

Une station d'épuration est installée généralement à l'extrémité d'un réseau de collecte d'eaux usées. Elle rejette l'eau épurée dans le milieu naturel (très souvent une rivière ou la mer). Elle est constituée d'une succession de dispositifs, dans la plus passent tour à tour par les eaux usées. Chaque dispositif est conçu pour extraire au fur et à mesure les différents polluants contenus dans les eaux (Figure I.1). L'élimination partielle ou totale de la charge polluante se fait généralement par traitement biologique, au besoin par traitement chimique pour les effluents industriels, souvent à la suite d'un traitement biologique.

Les traitements biologiques sont indispensables pour extraire des eaux usées les polluants dissous, essentiellement les matières organiques. Ils utilisent l'action de micro-organismes capables d'absorber ces matières.

La sélection naturelle des espèces et leur concentration dans un bassin permet d'accélérer et de contrôler un phénomène qui se produit communément en milieu naturel. Dans le cas des eaux usées urbaines, on favorise le développement de bactéries aérobies, c'est-à-dire, qui utilisent l'oxygène pour se développer.

Les différents types de stations d'épuration dépendent du procédé d'épuration principal utilisé et des dispositifs mis en œuvre. Pour traiter de grands volumes d'eaux usées, les plus répandues sont les stations à boues activées et les stations à bio filtres ou à lits bactériens. Les stations physico-chimiques sont surtout utilisées pour épurer des eaux de sites industriels.



**Figure I.1 : Fonctionnement d'une station d'épuration (Cygler 2008).**

### **I.1.2. Origine des boues**

Les boues sont composées d'éléments recueillis à différents stades de l'épuration d'une eau usée: matières minérales en suspension, organiques non biodégradables et microorganismes, ces derniers résultants de l'épuration biologique. Parmi les boues, on distingue les boues urbaines et industrielles. Les premières sont produites dans les stations d'épuration traitant des effluents dits urbains, c'est-à-dire majoritairement des eaux usées d'origine domestiques. Les secondes sont issues du traitement d'eaux usées industrielles.

Les eaux usées ainsi collectées ont donc deux origines : une origine domestique (Eaux Résiduaires Urbaines : ERU) et une origine industrielle (Eaux Résiduaires Industrielles : ERI).

L'eau usée subit une série de prétraitements. Grâce à un dégrilleur, désableur puis déshuileur, on retire respectivement les objets les plus gros (bois, papiers, plastiques, chiffons...), le sable puis les corps gras (huiles et graisses). L'eau est

ensuite débarrassée des matières en suspension les plus lourdes (boues) dans un décanteur primaire.

L'eau usée fait ensuite l'objet d'un traitement biologique complexe. Elle est déversée dans un grand bassin composé de deux zones bien distinctes.

La filière traditionnelle de traitement de l'eau comporte trois parties principales. La première est privée d'oxygène (zone d'anoxie) et a pour but de mettre l'eau en présence de bactéries qui vont transformer les nitrates ( $\text{NO}_3^-$ ) en azote gazeux ( $\text{N}_2$ ). L'eau passe ensuite dans la seconde partie du bassin dite aérée où d'autres bactéries digèrent la matière organique en consommant de l'oxygène. A sortie de ce grand bassin appelé bassin de boues activées, l'eau est dirigée vers un clarificateur. Son rôle est de séparer les boues qui se déposent au fond et de produire une eau épurée qui s'écoule en surface par débordement.

### **I.1.3. Les traitements des boues dans les stations d'épuration**

Les traitements appliqués aux boues brutes (boues secondaires) ont plusieurs objectifs. Ils visent, selon l'utilisation finale des boues, à réduire leur volume, leur pouvoir de fermentation lié à leur teneur en matière organique, ou éventuellement à les hygiéniser, c'est-à-dire en éliminer les bactéries et parasites présents.

Ces traitements permettent de limiter les nuisances olfactives, les risques sanitaires, mais aussi faciliter leur stockage, avant leur élimination ou leur valorisation. Les quatre étapes de traitement sont :

#### **I.1.3.1. Les prétraitements physiques**

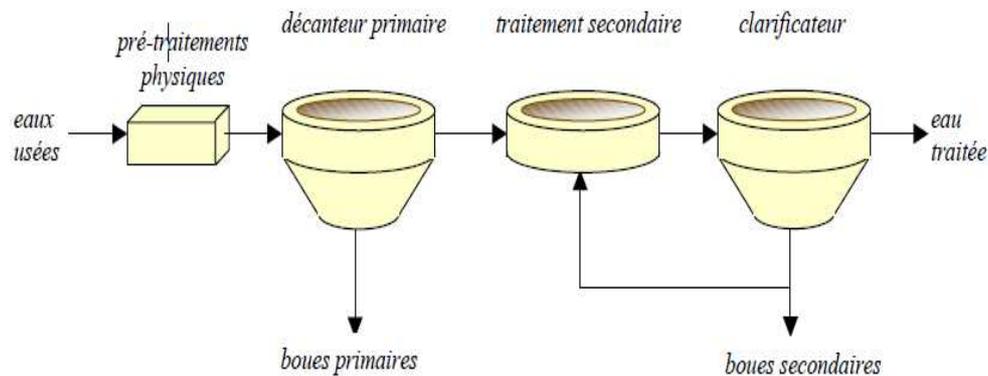
Les dispositifs de prétraitement sont présents dans toutes les stations d'épuration, quels que soient les procédés mis en œuvre à l'aval.

Ils ont pour but d'éliminer les éléments solides ou particuliers les plus grossiers, susceptibles de gêner les traitements ultérieurs ou d'endommager les équipements : déchets volumineux (dégrillage), sables (dessablage) et corps gras (dégraissage – déshuilage)

#### **I.1.3.2. Le traitement primaire**

La décantation primaire classique consiste en une séparation des éléments liquides et des éléments solides sous l'effet de la pesanteur (Figure I.2). Les matières solides se déposent au fond d'un ouvrage appelé décanteur pour former les boues primaires. Ces dernières sont récupérées au moyen d'un système de raclage. Ce traitement élimine 50 à 55% des matières en suspension naturellement décantables. Cette décantation s'effectue dans un décanteur canal ou lamellaire et réduit d'environ

30% la demande biochimique en oxygène (DBO) et la demande chimique en oxygène (DCO). Le fond de ce décanteur est régulièrement raclé : ceci permet de récupérer les boues primaires. Cette étape est facultative et n'est pas présente sur les stations récentes (Degremont, 1989), ni sur les plus petites installations.



**Figure I.2: Schéma d'une filière de traitement des eaux.**

### **I.1.3.3. Le traitement secondaire ou digestion aérobie**

Les traitements secondaires agissent essentiellement sur la pollution organique par des procédés biologiques d'épuration. Ils peuvent se définir comme une copie, avec amplification artificielle, du processus d'épuration naturelle des eaux d'une rivière. Dans ces procédés, les bactéries, stimulées par un apport important d'oxygène, se nourrissent de la pollution organique. On peut distinguer plusieurs techniques : procédé à boues activées, procédé à lits bactériens et lagunage. Par contre, les procédés d'épuration physico-chimique peuvent se définir comme la copie industrielle des réactions chimiques et physiques expérimentales de laboratoire : floculation-coagulation, neutralisation, oxydoréduction et précipitation.

Les traitements tertiaires faiblement utilisés, visent à extraire la fraction des polluants non traités par les traitements primaires ou secondaires. Ils sont mis en place pour respecter les normes de rejet au milieu récepteur établies par des arrêtés préfectoraux. Ils visent à éliminer en particulier les nitrates, les phosphates et les germes pathogènes pour l'homme.

Les boues ainsi produites sont des suspensions plus ou moins concentrées d'éléments polluants et de produits de transformation. Elles constituent des déchets encore très liquides qu'il est nécessaire de traiter et de valoriser.

#### **I.1.3.4. Les traitements biologiques**

Ces traitements sont indispensables pour extraire des eaux usées les polluants dissous, essentiellement les matières organiques. Ils utilisent l'action de micro-organismes capables d'absorber ces matières.

La sélection naturelle des espèces et leur concentration dans un bassin permet d'accélérer et de contrôler un phénomène qui se produit communément en milieu naturel.

Dans le cas des eaux usées urbaines, on favorise le développement de bactéries aérobies, c'est-à-dire, qui utilisent l'oxygène pour se développer.

#### **I.1.4. Les différents types de boues**

Les boues sont dites urbaines lorsqu'elles sont produites par une station d'épuration traitant les eaux usées collectées par le réseau public d'assainissement. Elles peuvent être rejetées dans le réseau municipal de collecte des eaux usées sous certaines conditions (autorisation de déversement). Les boues de stations d'épuration sont classées en quatre grands groupes (Degremont , 1989).

##### **I.1.4.1. Les boues primaires**

Les boues primaires constituent l'une des étapes du procédé de purification d'une station d'épuration. Ces boues sont fraîches, c'est à dire non stabilisées (forte teneur en matière organique) Ce sont les boues extraites de traitements primaires, généralement les boues du décanteur primaire : les autres matières solides recueillies par dégrillage et dessablage sont acheminées directement vers des bennes.

##### **I.1.4. 2. Les boues mixtes**

Les boues mixtes regroupent les boues issues des traitements primaires et des traitements secondaires. Ces boues possèdent une bonne fermentation du fait de la présence de boues primaires. A ce jour, la digestion anaérobie est le plus fréquemment pratiquée sur des boues mixtes.

##### **I.1.4.3. Les boues physico-chimiques**

Ces boues sont issues d'un traitement utilisant des flocculants minéraux (sels de fer ou d'aluminium, la chaux). Le traitement physico-chimique est principalement utilisé sur les boues industrielles ou pour palier aux sous dimensionnement de certaines stations d'épuration (stations situées en zones touristiques, par exemple). Les flocculants minéraux ajoutés participent pour une part importante à la quantité de boues produites.

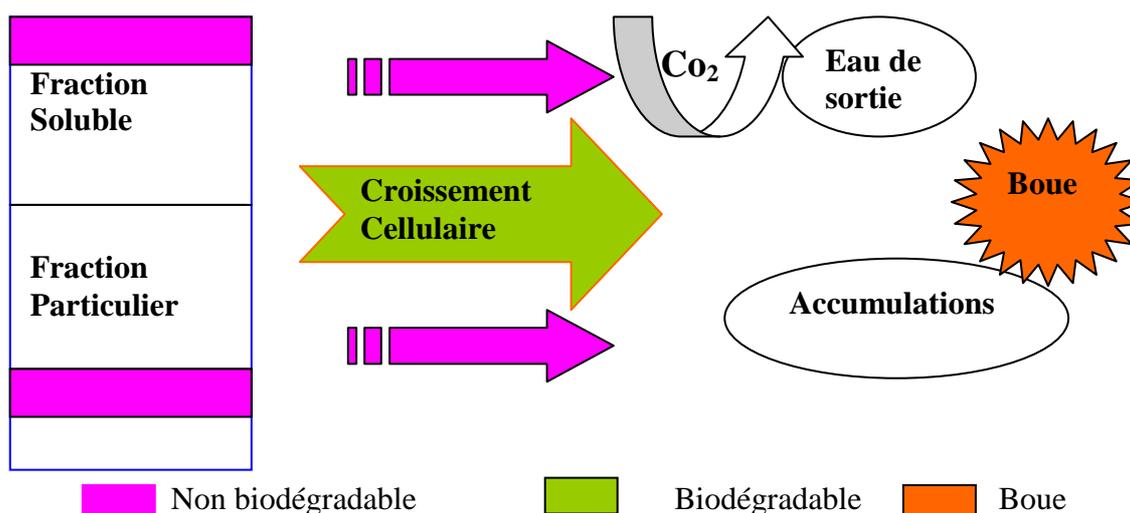
#### I.1.4.4. Les boues secondaires ou activées

Dans les boues secondaires les particules fines et dispersées et les substances dissoutes sont fixées et métabolisées par les bactéries qui se multiplient en présence d'oxygène au cours de l'épuration. Cette biomasse bactérienne est séparée de l'eau épurée dans le décanteur secondaire. Elles sont récupérées après le décanteur secondaire (clarificateur), au niveau de la purge. Ce sont des boues fraîches biologiques, essentiellement sous forme de flocs de bactéries. Leur pouvoir fermentescible dépend du temps de séjour dans le bassin d'aération (aussi appelé âge de boues).

##### I.1.4.4.1. Production de boues activées

En fonction de sa nature, la matière contenue dans les eaux résiduaires connaît un sort différent : la matière minérale et la matière organique réfractaire sont accumulées tandis que la matière organique biodégradable sert de substrat aux micro-organismes épurateurs (Grulois et al., 1996). Ces micro-organismes, principalement des bactéries, utilisent la pollution biodégradable pour leur maintenance et pour leur croissance. Les produits formés sont des cellules, du dioxyde de carbone et de l'eau.

La production de boues est donc la somme de trois phénomènes : l'accumulation de composés minéraux, l'accumulation de composés organiques réfractaires et la croissance microbienne (Paul et al., 2003). La figure I.3 résume le processus de traitement de l'eau et de production de boue



**Figure I.3: Schématisation du processus de traitement biologique des eaux résiduaires (D'après Salhi 2003).**

#### I.1.4.4.2. Caractéristiques des boues secondaires

Les boues sont composées de matières minérales et organiques intimement liées ; la proportion de chaque fraction ayant une forte influence sur les propriétés des boues. La fraction minérale est essentiellement composée de particules et de cations multivalents comme les silicates, les oxydes de fer ou le phosphate de calcium (Salhi, 2003), tandis que la fraction organique est plutôt composée de gros polymères (cellulose, lignine), de macromolécules, de biomolécules (protéines, sucres), d'acides humiques et d'une fraction lipidique (Trably, 2002).

#### I.1.4.4.3. Structure des boues activées

Les boues ont une structure hétérogène complexe appelée floc. Ces structures présentent différents niveaux d'organisation. Jourad et al., 1995 ont proposé un modèle structurel des floccs (Figure I.4). Ce modèle comporte trois niveaux structuraux de micro-floccs. Les particules primaires ont un diamètre de 2,5  $\mu\text{m}$  et les secondes particules ont un diamètre de 13  $\mu\text{m}$  et qui sont reliées entre elles par des exopolymères. Ces particules forment entre elles une troisième structure de diamètre moyen de 125  $\mu\text{m}$ .

La figure I.4 montre la liaison des particules de 13  $\mu\text{m}$  et les particules isolées de 2,5  $\mu\text{m}$  par les polymères I ; les polymères II relient les microorganismes à l'intérieur des particules de 2,5  $\mu\text{m}$  et 13  $\mu\text{m}$ . Il est à noter que ce modèle est similaire au modèle proposé par Eriksson et al., 1992. La présence des exopolymères donne une charge globalement négative aux floccs et aux microorganismes (Neyens et Baeyens, 2003). Les boues sont aussi constituées des protéines et d'ADN (Liu et al., 2002).

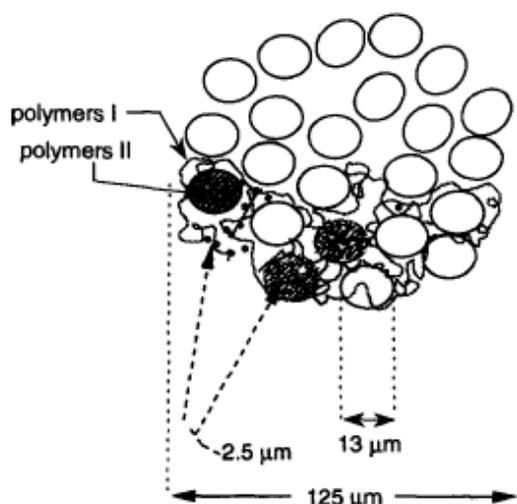


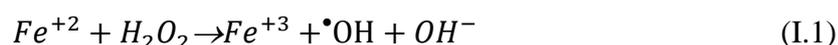
Figure I.4 : Modèle structurel des boues activées proposé par Jourad et al., 1995.

## **I.1.5. Réduction de la production des boues par des traitements physicochimiques**

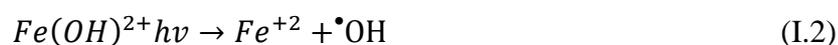
### **I.1.5.1. Traitement des boues par peroxyde d'hydrogéné (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)**

Le peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) est généralement utilisé pour le traitement des déchets organiques (résidus agricoles, boues de différentes origines, acides organiques, composés aromatiques, etc.). Les avantages de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sont son pouvoir oxydant, sa facilité d'application, de transport et de manipulation et son impact positif sur le milieu écologique.

Le radical hydroxyle (<sup>•</sup>OH) une espèce chimique très réactive en solution aqueuse en présence de Fe<sup>+2</sup> (Réactif de Photo-Fenton). La réaction de Fenton produit le radical hydroxyle dans des solutions acides (pH=3), par la décomposition catalysée par le fer sous la forme suivante (Tokumura et al, 2007)



En plus la réaction photo-fenton est une combinaison entre l'ultraviolet et le Fe (III), le peroxyde d'hydrogène produit également le radical hydroxyle suivante la réaction:



Cette réaction est suivie par la réaction (I.1) et le cycle de fer entre Fe (II) et Fe (III) se produit par l'irradiation de la lumière. Les ions de Fe<sup>+3</sup> sont constamment réduits aux ions de Fe<sup>+2</sup> sous irradiation et la réaction de Fenton améliorée par la participation de photo-généré Fe<sup>+2</sup>. Les radicaux hydroxyles dans les réactions (I.1) et (I.2) peuvent réagir avec des substances organiques. Le radical OH est le réactif principale dans le processus et capable de décomposer un certain nombre de substances organiques par l'oxydation. La réaction de Photo-fenton est dépendent de l'intensité de la lumière, la concentration en fer, le dosage de peroxyde d'hydrogène et le pH de la solution (Pham et al., 2010).

### **I.1.5. 2. Effet de la dose de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

Tokumura et al., 2007 ont étudié l'effet de dose de Fe sur la dégradation des micro-organismes des boues activées, les testes ont été réalisées pour des concentrations en ions Fe de 1-40 mg/l avec une dose H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> de 4 g/l, et un pH de 3 à différents temps de réaction, et ils ont remarqué une augmentation de solubilisation la demande chimique en oxygène (DCO) pour des temps de réaction inférieures à 25 h. Lorsque la concentration en ions de Fe était de 20 mg/l la DCO augmentée

rapidement par rapport aux autres doses et pour une dose de Fe de 40 g/l la solubilisation de DCO atteint une valeur maximale après 6 h de traitement.

Gulkaya et al., 2006 ont montré pour des doses de  $\text{FeSO}_4$  entre 1,1 et 10,9 g/l et une dose de  $\text{H}_2\text{O}_2$  de 385g/l à une température de 50°C et pH=3 que l'efficacité de la DCO passée de 40 à 95%. Ainsi que pour des doses de  $\text{H}_2\text{O}_2$  entre 19,3 à 577,5 g/l et une dose de  $\text{FeSO}_4$  de 5,5g/l à une température de 50°C et pH=3, l'efficacité de la DCO passée de 67% à 95%. Pour une dose de 385 g/l cette efficacité reste constante pour des doses de  $\text{H}_2\text{O}_2$  supérieures à 385g/l ont expliqué cette stabilité par l'insuffisance de la concentration de  $\text{FeSO}_4$  pour que les ions de ferreux réagissent avec le  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

Kang et al., 2002 ont étudié l'effet de doses de sels de fer et le peroxyde d'hydrogène, le temps d'oxydation, vitesse de mélange et la teneur en matière organique sur la décoloration et la demande chimique en oxygène des eaux usées. Après 5 min de réaction pour des faibles doses de  $\text{H}_2\text{O}_2$  et  $\text{Fe}^{2+}$  ont observé que la décoloration est de 90%. En revanche, la DCO est éliminée avant tout par coagulation de Fenton.

Wang et al., 2009 ont montré une solubilisation de la DCO des surnageants des boues traitées dans une micro-onde sans  $\text{H}_2\text{O}_2$ , cette solubilisation de la DCO est remarquable pour des températures plus élevées en présence de  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Cependant une augmentation de la dose de  $\text{H}_2\text{O}_2$ / DCO<sub>T</sub> provoque une solubilisation de matière minérale (le rapport VS/MES) de 1 à 0,1.

Neyens et al., 2003 utilisent les conditions suivantes : pH ajusté à une valeur de 3 avec l'acide surfacique, 1,67g $\text{Fe}^{2+}$ /kg matière sèche, dose  $\text{H}_2\text{O}_2$  entre 5 à 50g/Kg.MS, pression et température ambiante et le temps de réaction entre 60 à 90 min, en fonction de la dose utilisée de peroxyde pour traiter des boues activées, ils ont observé que plus la dose de peroxyde d'hydrogène augmente plus la solubilisation de la matière particulaire augmente. On a obtenu une réduction de matières sèches de 30%. Les auteurs constatent également une augmentation de la matière solubilisée dans le filtrat des boues traitées proportionnellement à la dose de  $\text{H}_2\text{O}_2$  injecté avec une valeur maximale pour 25g $\text{H}_2\text{O}_2$ /kg.MS.

Kim T.H et al., 2009 ont utilisé le traitement par le peroxyde d'hydrogène pour la réduction de la production des boues activées et une procédure de prétraitement alcalin a été utilisée dans le but d'améliorer l'efficacité de traitement des boues par le peroxyde d'hydrogène. Ce traitement a montré une évaluation de la matière sèche de

la boue ainsi que la distribution des tailles des particules solides (la granulométrie des boues). Le même traitement à montre d'une part et augmentation du rapport entre la demande chimique en oxygène soluble et la demande chimique totale ( $DCO_s/DCO_T$ ) et d'autre part un diminution de la viscosité des boues et une amélioration de la décantation des boues.

#### **I.1.5.3. Traitement des boues par l'ozonation ( $O_3$ )**

L'ozone est un oxydant puissant, instable en milieu aqueux. C'est un composé allotropique (plusieurs formes de résonance), à forte réactivité, possédant les propriétés d'un dipôle. De ce fait, l'ozone a une grande capacité d'attaque des composés organiques et des métaux, à l'exception de l'or, du platine et de l'iridium. Un système de traitement des boues d'épuration a été développé par Saktaywin et al., 2005 dans le but de réduction des boues en excès par l'ozone et la récupération du phosphore par voie de solubilisation. Le traitement des boues par l'ozone dans ce système a montré une solubilisation des boues de 30% à 70%.

Bougrier et al., 2006 ont remarqué une augmentation de la solubilisation de la DCO, de la matière (organique et minérale) et de l'azote total avec la dose d'ozone consommé. De plus pour des doses d'ozone les plus importantes, il existe un phénomène de minéralisation. Dans le même temps, la production de biogaz est fortement accélérée. La combinaison entre le traitement des boues par ozone et le traitement des boues en bioréacteur à membrane donne une excellente réduction des boues et le coût d'ozone dans ce traitement est de 0,0115 \$ par mètres cube de boue (He 2005).

#### **I.1.5.4. Effet de l'ultrason et de pré-traitement sur le traitement des boues**

Des études expérimentales ont montré que le traitement des boues concentrées par les ultrasons améliore la production de biogaz par rapport aux boues non traitées, mais le rapport d'énergie est trop élevé par rapport à l'énergie produite sous forme de biogaz. Ce traitement a montré aussi une réduction des quantités des boues (Onyeche, 2002).

Pham et al., 2009 ont étudié l'effet de prétraitement par ultrasons à une fréquence de 20 kHz sur le comportement physicochimique et rhéologique des boues à différents concentration en matière sèche. Ce prétraitement a montré une biodégradabilité des boues de 45,5% et une solubilisation de la demande chimique en oxygène de 56% pour une intensité des ultrasons de  $0,75 \text{ W/cm}^2$  à 60 min et 23g/L matière sèche des boues. Concernant l'effet de ce prétraitement sur le comportement

rhéologique des boues, l'étude a montré une diminution exponentielle de la viscosité des boues en fonction de matière sèche pour différentes fréquences et son comportement devient plus thixotropique.

Chu et al., 2002 ont examiné l'effet de prétraitement par ultrasons sur la digestion anaérobie des déchets traité avec un flocculant polyélectrolyte cationique. L'étude a montré que le prétraitement par des faibles fréquences sont insuffisantes pour perturber la structure des floccs ou les parois des cellules de ces déchets, ainsi que la présence de flocculants polyélectrolyte provoque une augmentation de la production de méthane dans les 6 jours de la digestion.

Kim et al., 2003 ont étudié les effets des différents prétraitements (thermique, chimiques, ultrasons et thermo-chimique) sur la production de biogaz, la réduction des polluants, la réduction de la taille des particules et l'augmentation des protéines solubles. Le prétraitement thermo-chimique induit une augmentation de la production de méthane de 43,3% et une solubilisation de la DCO de 67,8%.

Les effets des différents prétraitements, thermo-acide, thermo-alcaline, ultrasons-alcalines et ultrason -acide, sur la solubilisation et l'efficacité d'acidification de déchets de boues activées ont été étudiés par Liu et al., 2008. Le prétraitement par thermo-alcalines et ultrasons- alcalines provoque une solubilisation de la matière volatile et de protéine des boues respectivement de 61,2% et 67,5%. Les deux prétraitements, thermo-alcalin et ultrasons-alcalines améliorant l'efficacité de l'acidification des boues.

#### **I.1.5.5. Traitement thermique des boues**

Le traitement thermique a été utilisé au début pour améliorer la déshydratation des boues digérées ou brutes (Neyens et al., 2003). Kim et al., 2003 ont montré une solubilisation de la demande chimique en oxygène de 17,6% d'une boue traitée thermiquement à une température 121°C pendant 30 min, d'après ces auteurs ce traitement permet une transformation des particules organiques des boues en glucides, des lipides et protéines.

### **I.2. Les vases de barrage**

#### **I.2.1. Problème d'envasement des barrages hydraulique en Algérie**

##### **I.2.1. Introduction**

L'accroissement de l'exploitation des ressources en eau en Algérie, en vue de satisfaire les divers besoins en eau potable, agricole et industrielle, incite à un besoin de connaissances aussi bien, du point de vue théorique que pratique, dans les

domaines de l'érosion, du transport des sédiments dans les rivières et de l'envasement des retenues de barrages. Le phénomène de l'envasement des barrages, de par la situation géographique du pays (zone semi-aride), constitue un enjeu d'envergure nationale. Les barrages se transforment de plus en plus en réceptacles de vase plutôt que d'eau. Du coup, la défektivité des réseaux d'alimentation en eau potable (AEP), ne constitue plus la principale cause de déperdition des eaux de consommation. Au-delà de ce taux de fuite des eaux, dû à la mauvaise étanchéité des réseaux, la déperdition à la suite de l'envasement se situe dans une tout autre méga-échelle de considération. Cette partie s'intéresse au phénomène d'envasement des barrages en Algérie.

Selon une étude en 2007 (Abdelli et Zeggane, 2007), basée sur des séries statiques comportant les 57 plus grands barrages, l'Algérie perd par envasement 45 à 50 millions de m<sup>3</sup> chaque année. En effet, ce phénomène d'envasement touche les pays du Maghreb. D'après Remin, 2010 les 250 barrages du Maghreb d'une capacité totale de 23 millions de m<sup>3</sup> reçoivent annuellement une quantité de vase évaluée à 130 millions de m<sup>3</sup>.

Notons que le terme vase est utilisé pour désigné une large famille de sédiments fins, argileux, plus au moins organique, dont les teneurs en eau sont supérieures à la limite de liquidité.

## **I.2.2. Les moyens de lutte contre l'envasement**

Plusieurs solutions sont possibles pour la lutte contre l'envasement des barrages :

### **I.2.2.1. La conservation des sols**

Il s'agit de l'aménagement des bassins versants par la réalisation de la correction torrentielle des thalwegs, et l'aménagement de cours d'eau : en créant des ouvrages de correction dans la gorge du torrent, ouvrages qui arrêteront les matériaux et diminueront la pente, qui sont des aménagements déterminants, réduisant l'érosion a sa source.

### **I.2.2.2. Le soutirage des courants de densité**

C'est une méthode pratique qui consiste à évacuer les sédiments drainées par les courants de densité sur le fond de la retenue en utilisant des pertuis de vidange (vannettes de dévasement ou vanne de fond) du barrage. Les opérations de chasses et le soutirage des courants de densité doivent être maitressées afin d'arriver à évacuer le maximum de vase avec un minimum d'eau.

En Algérie, d'après Remini, 2010, la technique du soutirage peut être un moyen efficace de lutte contre l'envasement des retenues de barrages en Algérie compte tenu de son faible coût et surtout de la présence des courants de densité dans l'ensemble des retenues. Son rendement peut atteindre 70 % des apports solides totaux entrants dans la retenue, c'est à dire que la durée de vie de l'ouvrage sera augmentée d'un tiers. Cette technique est utilisée dans les barrages d'Ighil, d'Erraguene et Oued El-Fodda.

### **I.2.2.3. La surélévation des digues**

La surélévation de la digue est une technique pour prolongé la durée de vie des barrages en Algérie. Cette technique consiste, lorsque le taux de comblement est avancé, à augmenter la hauteur de la digue d'une taille variable, permettant la constitution d'une réserve complémentaire pour compenser la perte du volume occupé par la vase. Selon Remini, 2007 cette technique a été utilisée sur quatre barrages de Bakhada, K'sob, Zardézas et Boughezoul.

### **I.2.3. Le dragage des barrages**

Le dragage est défini comme étant des terrassements effectués sous l'eau avec des engins flottants au moyen de procédés mécaniques ou par aspiration. On distingue trois types de dragages qui différent selon la nature des sédiments à draguer et le type de travail à réaliser :

- entretien : opérations répétitives, visant à extraire les sédiments déposés qui gênent la navigation ;
- aménagements : opérations pour aménager et créer des canaux, de bassins de plaisance et autres voies navigables ;
- l'approfondissement : sont commencés lorsqu'il devient nécessaire d'adapter le seuil de navigation et prolonger la durée de vie des barrages, les travaux nécessitent de déplacer d'importants volumes de sédiments et demandent des moyens de dragages importants.

#### **I.2.3.1. Les techniques de dragage**

Il est défini d'une façon générale, comme l'ensemble des actions caractérisées par un prélèvement de matières par excavation sous l'eau et par un déversement de ces produits dans la veine d'eau ou sur le rivage, mais son prix de revient est très élevé.

On distingue deux types de dévasement, ces types sont classés suivant leur mode de fonctionnement:

#### **a)- Les dragages mécaniques**

Il est effectué à sec, après la vidange total de la retenue. La vase est draguée au moyen d'engins mécanique, comme des Bulldozers, puis transporter par des camions.

Les inconvénients de cette technique, sont:

- Perte en eau, pour la vidange de la retenue il faut du temps, donc, il est possible d'arrêter le fonctionnement d'un barrage dans un long temps ;
- La manœuvre des engins dragueurs et transporteurs devient difficiles si la vase n'est pas bien consolidée.

#### **b)- Dragage hydraulique**

Il se fait au moyen d'une drague suceuse refouleuse et flottante, où les sédiments non consolidés (un cutter, mécanisme rotatif, peut servir à désagréger le sédiment plus durs), sont aspirés par une pompe spéciale à déblais à travers une canalisation constituée d'une partie flottante et d'une partie fixe sur plusieurs centaines de mètres de longueur. Cette canalisation sert aussi au transport par refoulement des sédiments jusqu'à la zone de rejet située en aval du barrage.

Suivant l'importance de la retenue, on utilise une ou plusieurs dragues. Le dragage hydraulique est préféré au dragage mécanique, car la perte en eau est moins importante et que le coût est réduit par la réduction de la quantité d'énergie.

Les inconvénients de cette technique, sont:

En cas de sécheresse, il est jugé bon de ne pas utiliser cette technique, car elle exige un grand volume d'eau, soit  $1,28 \text{ m}^3$  d'eau pour  $1 \text{ m}^3$  de vase.

## Références bibliographiques

- Abdelli M., Zeggane M. Le phénomène de l'envasement des barrages, de par la situation géographique du pays (zone semi-aride), constitue un enjeu d'envergure nationale. *Le Journal de l'Expression*. 5 décembre 2007.
- Bougrier C., Albasi C., Delgenés J.P., Carrère H. Effect of ultrasonic, thermal and ozone pre-treatments on waste activated sludge solubilisation and anaerobic biodegradability. *Chemical Engineering and processing* 2006; (45) :711-718.
- Chu C.P., Lee D.J., Bea-Ven Chang C.S., You C.S., Tay J.H. Weak ultrasonic pre-treatment on anaerobic digestion of flocculated activated biosolids. *Water research* 2002; (36): 2681-2688.
- Cygler C. Traitement des eaux usées. Prêts pour le recyclage? *Hydroplus* 2008; (184) : 36-42.
- Degrémont. Mémento technique de l'eau . 1989, 9<sup>ème</sup> Ed., Ed. Lavoisier, Paris.
- Eriksson L., Steen I., Tendaj M. Evaluation of sludge properties at an activated sludge plant. *Water sciences . Technology* 1992; (25): 251 265.
- Grulois P., Famel J. C., Hangouet J. P., Fayoux C. Rien ne se perd, rien ne se crée, tout se transforme... en boues. *L'eau, l'industrie, les nuisances*. 1996 ;195 : 42-46.
- Gulkaya I., Surucu G.A., Dilek F.B. Importance of  $H_2O_2/Fe^{2+}$  ratio in Fenton's treatment of a carpet dyeing wastewater. *Journal of Hazardous Materials* 2006; (B163): 763-769.
- He S.B., Xue G., Wang B.Z. Activated sludge ozonation to reduce sludge production in membrane bioreactor (MBR). *Journal of Hazardous Materials* 2006; (B135): 406-411.
- Jorand F., Zartarian F., Thomas F., Block J.C., Bottero J.Y., Villemin G., Urbain V., Manem J. Chemical and structural (2d) linkage between bacteria within activated sludge flocs. *Water research* 1995; ( 9): 1639-1647.
- Kang S.F., Liao C.H., Chen M.C. Pre-oxidation and coagulation of textile wastewater by the Fenton process. *Chemosphere* 2002 ; (46) : 923-928.
- Kim J., Park C., Kim T.K., Lee M, Kim S., Kim S.W., Lee J. Effects of various pretreatments for enhanced anaerobic digestion with waste activated sludge. *Journal of bioscience and bioengineering* 2003; (95): 271-275.
- Kim T.H., Lee S.R., Nam Y.K., Yang J. Disintegration of excess activated sludge by hydrogen peroxide oxidation. *Desalination* 2009 ; (246) :275-284.

- Liu X., He Liu H., Chen J., Du G., Chen J. Enhancement of solubilization and acidification of waste activated sludge by pretreatment. *Waste Management* 2008 ; (28) :2614-2622.
- Neyens E., Baeyens J. A review of thermal sludge pre-treatment processes to improve dewaterability. *Journal of Hazardous Materials* 2003 ; (B98) : 51–67.
- Neyens E., Baeyens J., Creemers C. Alkaline thermal sludge hydrolysis. *Journal of Hazardous Materials* 2003; (B9): 295–314.
- Onyeché T. I., Schläfer O., Bormann H, Schröder C, Sievers M. Ultrasonic cell disruption of stabilised sludge with subsequent anaerobic digestion. *Ultrasonic* 2002 (40):31-35.
- Paul E., Carrère H., Lafforgue C. Combinaisons de traitements physicochimiques et biologiques pour une production de boues réduite : revue bibliographique. *Déchets Sciences & Techniques* 2003 ; (29) : 8-15.
- Pham T.T.H., Brar S.K., Tyagi R.D., Surampalli R.Y. Influence of ultrasonication and Fenton oxidation pre-treatment on rheological characteristics of wastewater sludge. *Ultrasonics Sonochemistry* 2010 ; (17) :38–45.
- Remini B. La problématique de l'eau en Algérie du nord. *Larhyss Journal* 2010 ( 8) :27-46
- Saktaywin W., Tsuno H., Nagare H., Soyama T., Weerapakkaron J. Advanced sewage treatment process with excess sludge reduction and phosphorus recovery. *Water research* 2005; (39): 902-910.
- Salhi M. Procédés couplés boues activées-ozonation pour la réduction de la production de boues : étude, modélisation et intégration dans la filière de traitement de l'eau. Thèse de doctorat en génie des procédés de l'environnement 2003, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, Toulouse.
- Tokumura M., Sekine M., Yoshinari M., Znad H.T., Kawase Y. Photo-Fenton process for excess sludge disintegration. *Process Biochemistry* 2007; (42):627-633.
- Trably E. Etude et optimisation de la biodégradation d'Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs) et de Polychlorobiphényles (PCBs) au cours de la digestion anaérobie et aérobie de boues urbaines contaminées. Thèse de doctorat en génie des procédés de l'environnement 2002, Université Montpellier II, Montpellier, 280 p.
- Wang Y., Wei Y., Liu J. Effect of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dosing strategy on sludge pretreatment by microwave-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> advanced oxidation process. *Journal of Hazardous Materials* 2009; (B169): 680-68.

## Chapitre II Traitements physico-chimiques des boues activées de station d'épuration

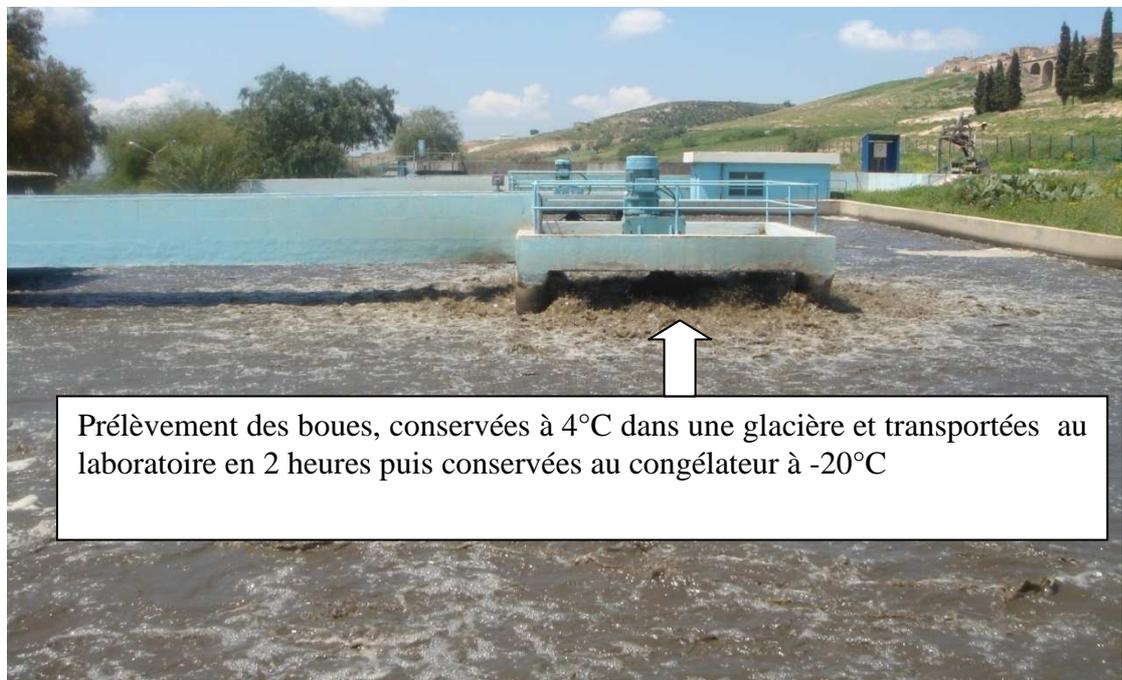
### II.1. Introduction

Le traitement des eaux dans les stations d'épuration conduit généralement à la formation des boues. Ces boues sont présentes à la sortie d'une station d'épuration comme une liquide chargé à forte concentration en matière sèche qui présente des risques sur l'environnement. Il existe des traitements performants permettant de réduire la production de boues au niveau des stations d'épurations. Dans ce chapitre nous présentons les résultats obtenus par le traitement thermique, par  $H_2O_2$ , la chaux et le traitement couplé (thermique-chaux- $H_2O_2$ ) des boues activées.

### II.2. Matériels et méthodes

#### II.2.1. Boue utilisée

La boue activée a été prélevée dans le décanteur secondaire de la station d'épuration de Mascara, Algérie (Figure II.1). Les échantillons sont conservés à 4° dans une glacière et transportés au laboratoire en 2 heures. Ils sont ensuite conservés au congélateur à -20°C afin d'éviter toute évolution des caractéristiques physico-chimiques de la boue (Hammadi et al., 2012). Les caractéristiques de la boue utilisée pour dans ce chapitre sont présentées dans le tableau II.1.



**Figure II.1 : Prélèvement de boues activées pour le traitement.**

**Tableau II.1 : Caractéristiques initiales de boue utilisée pour le traitement thermique.**

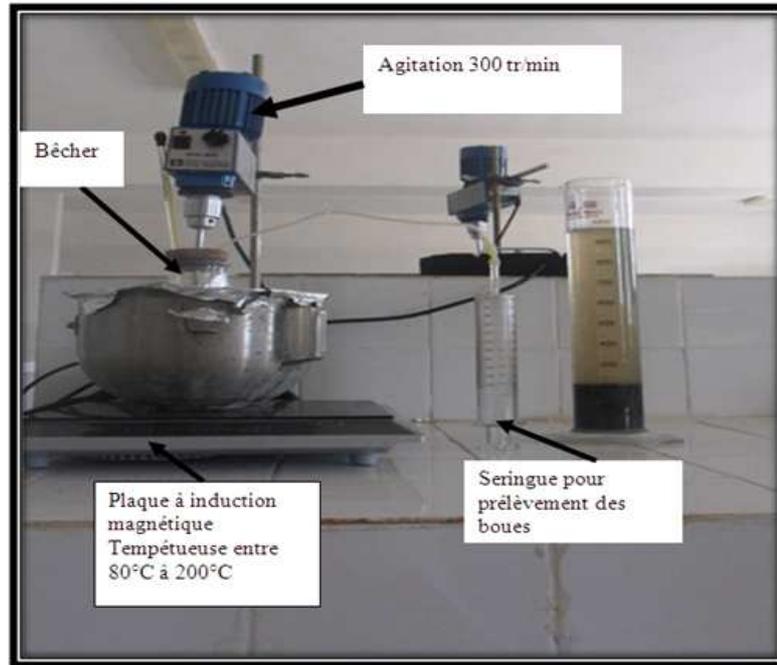
<b>Boue activée</b>	<b>Caractéristiques initiales</b>
Age de la boue	3 jours
DCO <sub>1</sub>	9400 mgO <sub>2</sub> /l
O <sub>2</sub>	0,17 mg /l
pH	7,22
Origine	STEP de Mascara (Algérie)

### **II.2.2. Traitement thermique de la boue**

Le traitement thermique de la boue a été fait en batch à l'aide d'un plaque à induction magnétique (Figure II.2) , adapté avec un bûcher en verre borosilicaté d'un litre de capacité avec une couvercle comportant deux orifices, l'un pour mesurer la température de boue traitée et l'autre pour le prélèvement de boue traitée. La boue a été agitée à une vitesse de 300 tr/min et maintenues à la température de consigne, pendant 1 heure.

Les traitements thermiques sont réalisés avec de la boue active d'un âge de 3 jours. Nous avons choisi 4 températures pour les traitements thermiques: 80, 100, 120 et 140 °C.

La boue est placée dans le bûcher de traitement au moment où la température de consigne est atteinte sur la plaque. On prélève alors 200 mL de boue traitée toutes les dix minutes avec une seringue et on détermine la demande chimique en oxygène (DCO) soluble, le pH, le rapport entre matière volatile (MVS) et matière en suspension (MES) (MVS/MES) , la demande biologique en oxygène ( DBO<sub>5</sub>), l'azote totale (NTK) et la turbidité (NTU).



**Figure II.2 : Montage utilisé pour le traitement thermique de la boue activée.**

### **II.2.3. Traitement de la boue par la chaux**

Les traitements par la chaux sont réalisés avec de la boue d'un âge de 15 jours. Des doses de la chaux de 0,4 à 3,6 g/L sous forme de poudre sont ajoutées à la boue. Le mélange obtenu est agité magnétiquement pendant 60 min dans les conditions ambiantes (de pression et température).

### **II.2.4. Traitement par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

Les traitements par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sont réalisés sur une boue concentrée de 16,5 g/L de matière en suspension. Dans ce cas la réaction de Fenton produit le radical hydroxyle ( $\bullet\text{OH}$ ) par une espèce chimique très réactive en solution aqueuse en présence de Fe<sup>+2</sup> (Ipek et al., 2006) dans des solutions acides (pH=3). Ce traitement a été effectué dans les conditions ambiantes (de pression et température). Le pH de la boue est ajusté à une valeur de 3 à l'aide d'acide sulfurique avec l'addition 0,137 g de FeSO<sub>4</sub> pour des doses de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> de 25-250 g/L de boue. Le tableau II.2 présente les caractéristiques de la boue utilisée pour le traitement par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

**Tableau II.2 : Caractéristiques initiales de la boue utilisée pour le traitement par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.**

<b>Boue activée</b>	<b>Caractéristiques initiales</b>
Age de la boue	1 jour
DCO <sub>1</sub>	24333,33 mg/L
O <sub>2</sub>	0,17
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	0,90
pH	7,22

### **II.2.5 Détermination des différentes matières**

La détermination des différentes fractions de la matière est réalisée par pesées et séchage des boues, selon la méthode normalisée NFT 90 105 , 1972 (AFNOR 1994)

#### **II.2.5.1. Détermination des matières en suspension (MES) et des matières volatiles en suspension (MVS)**

Un volume ( $V_e$ ) d'échantillon liquide est centrifugé pendant 10 minutes à 4000 tr/min. On récupère le culot qui est versé dans une capsule en porcelaine préalablement tarée (la masse totale est  $m_1$ ). Cette dernière est ensuite placée dans une étuve à 105°C pendant 24 heures afin d'obtenir les matières en suspension. A sa sortie elle est refroidie dans un dessiccateur avant de la peser ( $m_2$ ). Puis elle est mise dans un four pendant 2 heures afin de brûler les matières volatiles. Après refroidissement, elle est de nouveau peser ( $m_3$ ). Les matières en suspension et les matières volatiles en suspension en g/l sont données par :

$$MES = \frac{m_2 - m_1}{V_e} \quad (\text{II.1})$$

$$MVS = MES - \frac{m_2 - m_3}{V_e} \quad (\text{II.2})$$

#### **II.2.5.2. Demande chimique en oxygène (DCO)**

Les mesures de la demande chimique en oxygène (DCO) sont réalisées sur les boues totales et sur le surnageant, selon la méthode normalisée NF T 90 101 , 1972 (AFNOR 1994).

La matière organique est oxydée en milieu acide (acide sulfurique H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) et en présence d'un catalyseur (sélénite de cuivre Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), par le bichromate de

potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ), introduit en excès. Après deux heures de chauffe à  $105^\circ C$ , la DCO est déterminée par dosage en retour : l'excès de bichromate de potassium est déterminé à l'aide d'une solution de fer ferreux et d'ammonium (sel de Mohr à 0,1N) par dosage volumétrique, avec la féronie comme indicateur coloré. La mesure de la DCO est destinée à quantifier les pollutions d'effluents solubles peu concentrées.

#### **II.2.5.3. Dosage d'azote total (NTK) (Méthode de Kjeldahl)**

L'azote total est dosé selon la méthode Kjeldahl (Bogrier 2005) qui comprend trois étapes : une minéralisation de l'azote organique en azote ammoniacal, une distillation et une titration. La phase de minéralisation est réalisée en milieu acide (acide sulfurique  $H_2SO_4$ ), avec ajout de catalyseur de minéralisation (sélénite de cuivre  $Ag_2SO_4$ ). L'échantillon est mis chauffé à température  $105^\circ C$  pendant deux heures. Après refroidissement, l'acide est neutralisé par un ajout de soude. L'échantillon est ensuite mis à distiller dans un Buchi 320 pendant six minutes. Le distillat, piégé dans de l'acide orthoborique saturé, est ensuite titré par dosage colorimétrique à l'acide chlorhydrique à N/50. L'indicateur coloré est une solution éthylique de rouge de méthyle et de vert de bromocrésol.

#### **II.2.5.4. Mesure de la turbidité**

La turbidité correspond à la réduction de la transparence d'un liquide due à la présence de particules en suspension ou des matières colloïdales. Elle se mesure en faisant passer un faisceau lumineux à travers l'échantillon à tester. La turbidité est déterminée en mesurant la lumière qui est diffusée par les particules en suspension ou les matières colloïdales.

L'appareil utilisé est un turbidimètre portatif PC compact (Aqualytic). Les mesures ont été réalisées sur le surnageant après centrifugation de la boue.

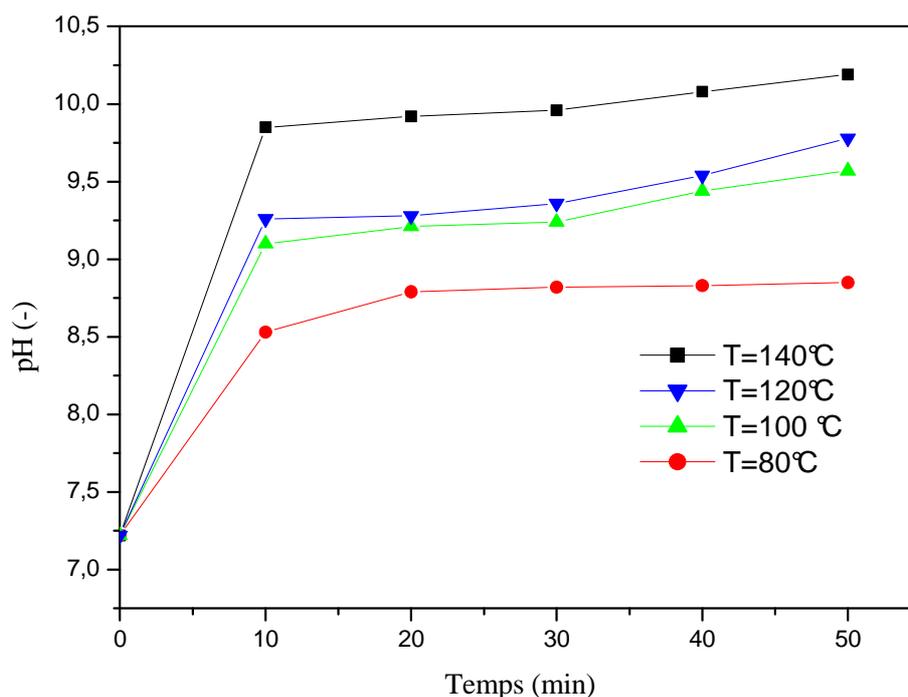
### **II.3. Résultats et discussions**

#### **II.3.1. Effet du traitement thermique sur les boues activées**

##### **II.3.1.1. Effet du traitement thermique sur le pH des boues**

Pour ces essais, le pH n'est pas mesuré dans le réacteur de traitement mais avant et après le traitement à température ambiante. Le pH initial des boues, de l'ordre de 7,2 augmente au cours du temps pour tous les traitements thermiques réalisés (figure II.3). L'augmentation du pH est d'autant plus importante que la température de la boue est élevée et que le taux de solubilisation augmente. Cette augmentation du pH pourrait être due en partie à une volatilisation de composés acides ou de  $CO_2$

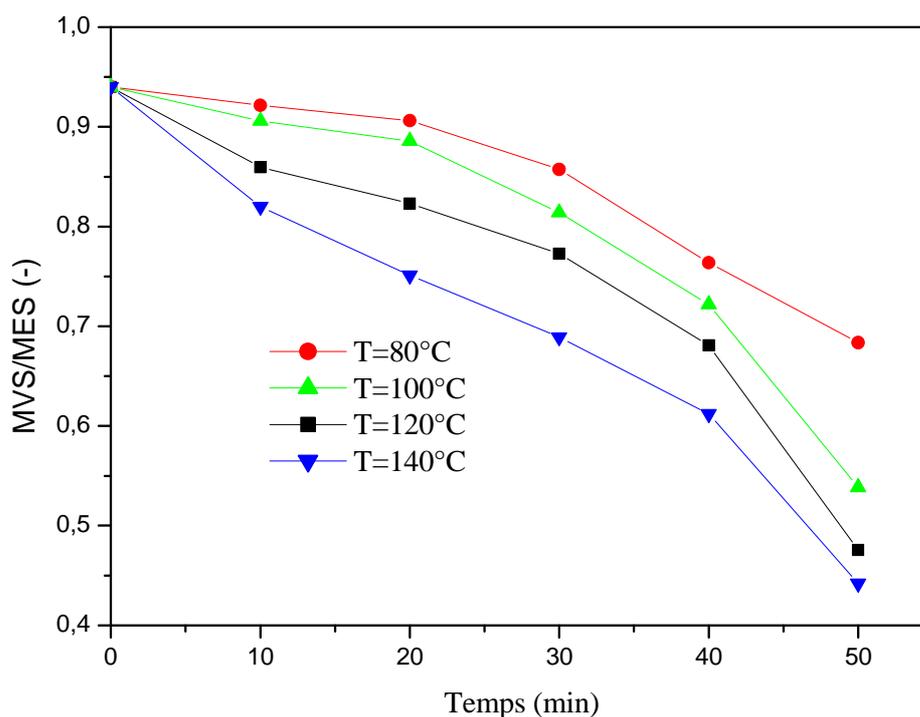
dissous. Morgan et al., 1990, ont expliqué cette augmentation par la désorption de protéines qui présentent des groupes carboxyles. Cette augmentation du pH favorise généralement l'immobilisation des éléments métalliques en traces (Dosset et al., 1999) dans ce cas certains éléments tels le molybdène, l'arsenic et le sélénium sont plus mobiles à pH élevé car la solubilité croît lorsque le pH augmente (Juste et Solda, 1988).



**Figure II.3: Variation du pH en fonction du temps de traitement thermique.**

### II.3.1.2. Solubilisation de la matière minérale des boues par la chaleur

Une technologie de réduction de la production de boue doit entraîner une solubilisation de la matière minérale afin d'éviter une accumulation de celle-ci trop importante dans les boues qui pourrait nuire à sa valorisation (baisse du PCI pour la valorisation thermique et problèmes liés à l'augmentation des sels en valorisation agricole). Pour caractériser l'évolution des fractions minérales et organiques des boues, nous avons analysé l'évolution du rapport MVS/MES au cours du temps lors du traitement thermique, pour des températures comprises entre 80°C et 140°C. La figure II.4 présente les résultats obtenus.



**Figure II.4 : Evolution du rapport MVS/MES en fonction du temps de traitement pour différents température.**

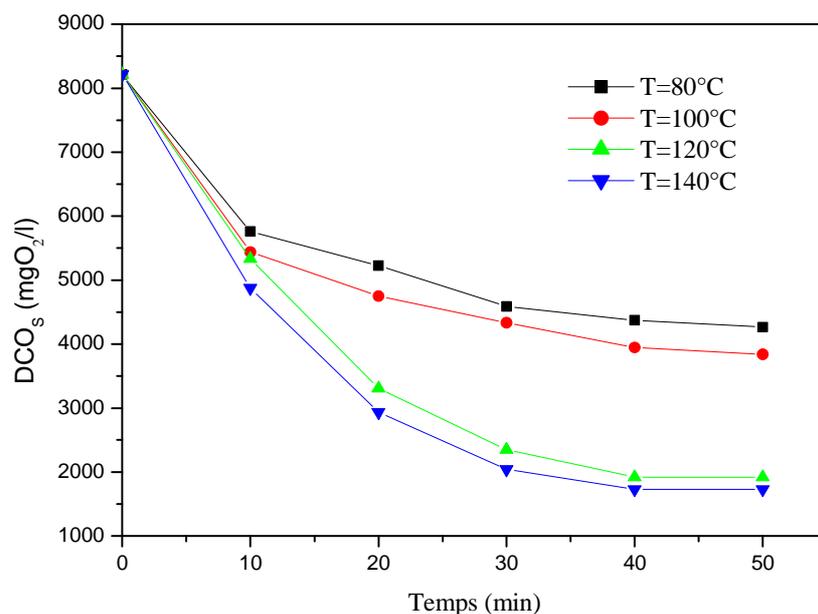
Le rapport MVS/MES est d'environ 0,94 pour les boues initiales ce qui correspond à des boues dont le pourcentage de matières minérales est déjà élevé. Lors des traitements thermiques, le rapport MVS/MES diminue jusqu'à une valeur de 0,44 pour une température de 140°C.

La comparaison du rapport MVS/MES obtenu, s'il n'avait aucune solubilisation de la matière minérale avec celui observé, permet d'évaluer le degré de solubilisation de la matière minérale. Le pourcentage de MVS/MES évoluerait donc de 94% à 44 %. Le traitement thermique entraîne une légère solubilisation nette de la matière minérale du floc. Cependant, comme le taux de solubilisation de la matière organique est plus élevé que celui de la matière minérale.

### **II.3.1.3. Effet du traitement thermique sur la biodégradabilité de la DCO**

La DCO a été déterminée pour chaque température à différentes durées de traitement. D'après la figure II.5, la DCO totale évolue avec le traitement. Ainsi, pour les températures de 120°C et 140°C, la DCO reste constante après 40 min de traitement. En revanche, pour les deux autres températures de traitement, les résultats montrent une diminution continue de la DCO. Le traitement thermique

entraîne une solubilisation de la DCO.



**Figure II.5 : Evolution de la DCO en fonction du temps et de la température du traitement.**

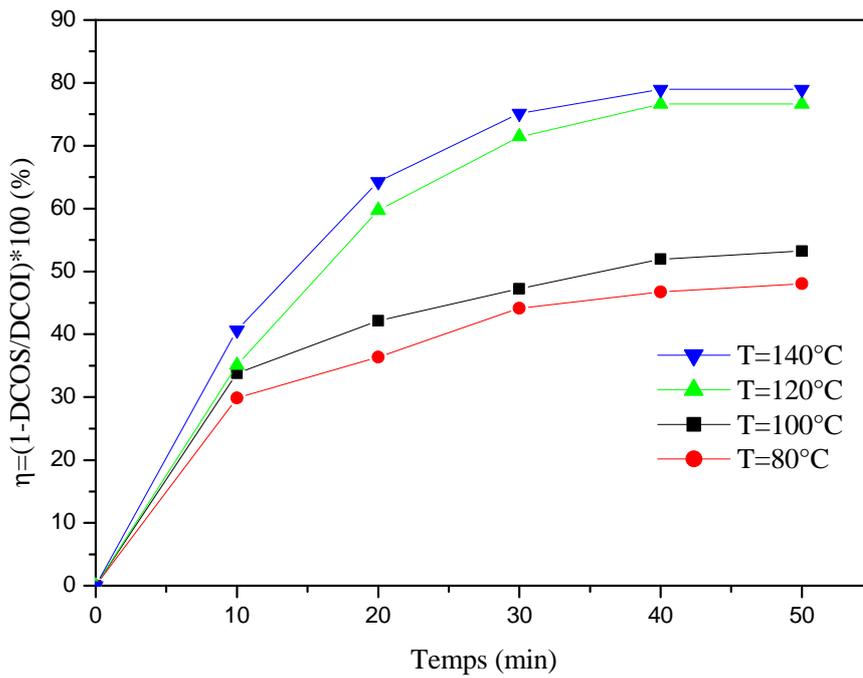
#### II.3.1.4. Effet de traitement thermique sur le taux d'abattement de la demande chimique en oxygène

L'efficacité de traitement a été appréciée analytiquement par le suivi du taux d'abattement de la DCO. Le calcul du taux d'abattement d'un paramètre X, exprimé en pourcentage est basé sur la formule suivante :

$$\eta_{et} = \left(1 - \frac{C_f}{C_i}\right) \times 100 \quad (\text{II.3})$$

Où  $C_i$  est la concentration initiale de X de boue et  $C_f$  est la concentration finale de X de la boue traitée.

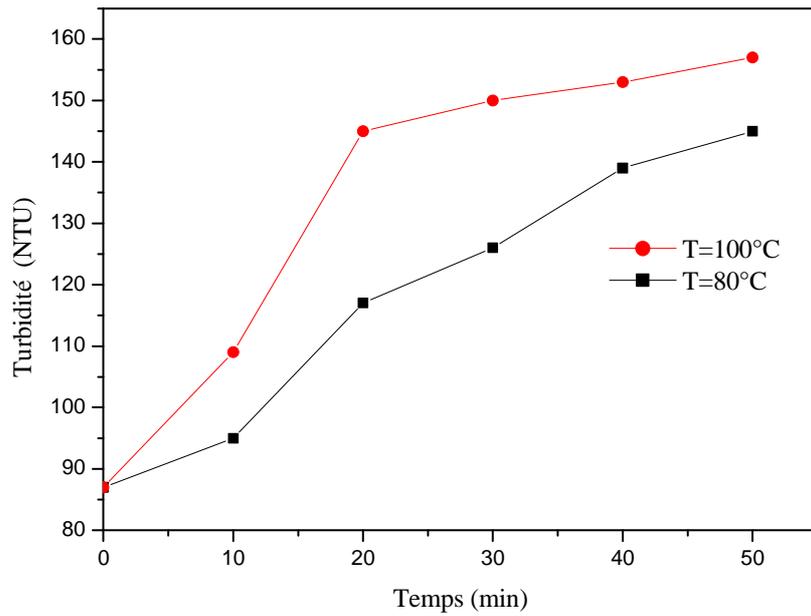
Les résultats obtenus montrent (Voir figure II.6) que l'efficacité optimale pour une température de 80°C et un temps de traitement de 40 min est de 47 %. Elle de 52 % pour une température de 100°C puis augmente jusqu'à 79% pour une température de 140°C qui accélère l'efficacité de la DCO.



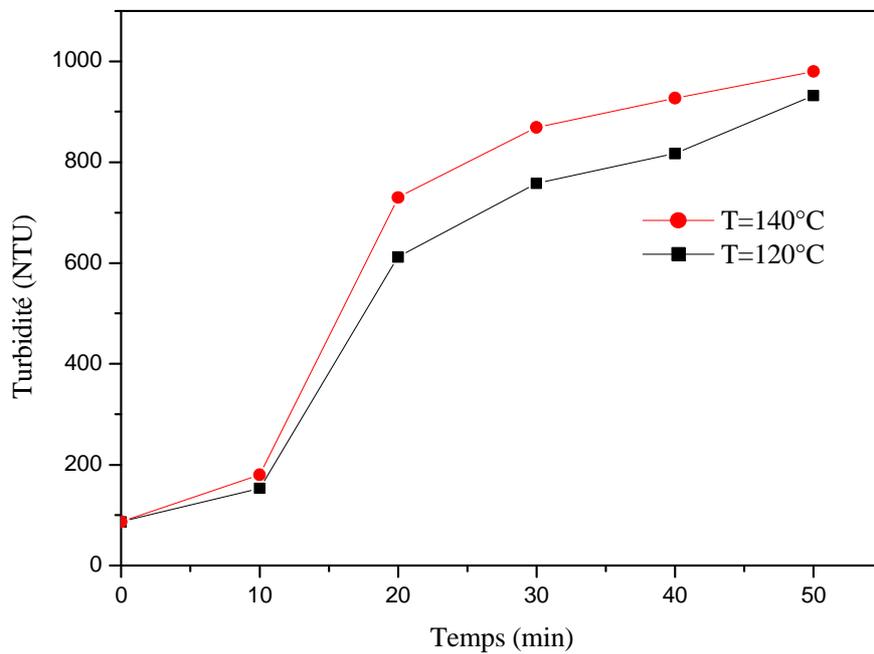
**Figure II.6 : Effet du traitement thermique sur l'abatement de la DCO.**

### II.3.1.5. Evolution de la turbidité en fonction du traitement thermique

D'après les figures II.7 et II.8 on observe une augmentation de la turbidité du surnageant en fonction du temps de traitement thermique pour les différentes températures. Cela signifie que la quantité de matière colloïdale augmente.



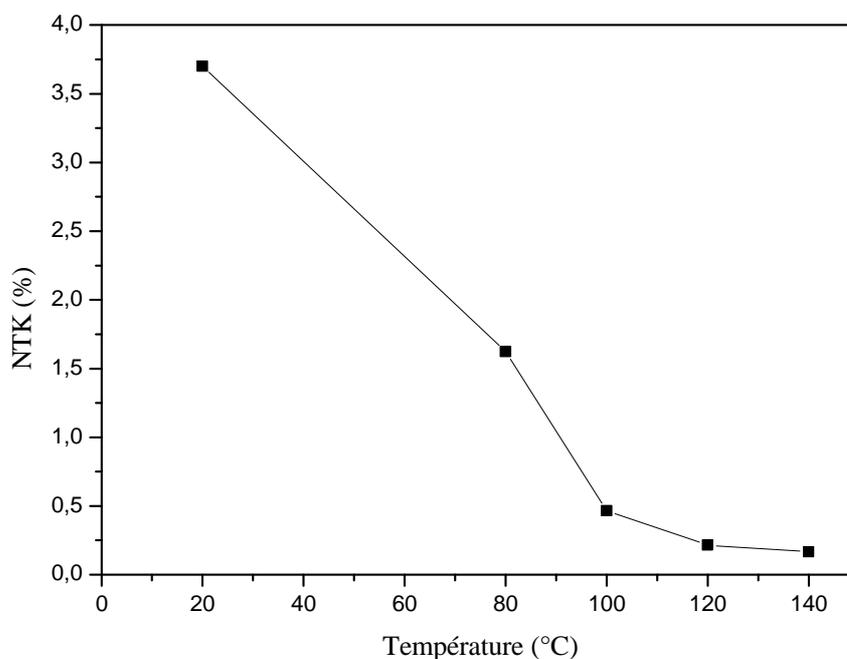
**Figure II.7: Evolution de la turbidité en fonction du temps de traitement thermique (température 80°C et 100°C).**



**Figure II.8 : Evolution de la turbidité en fonction du temps de traitement thermique (température 120°C et 140°C).**

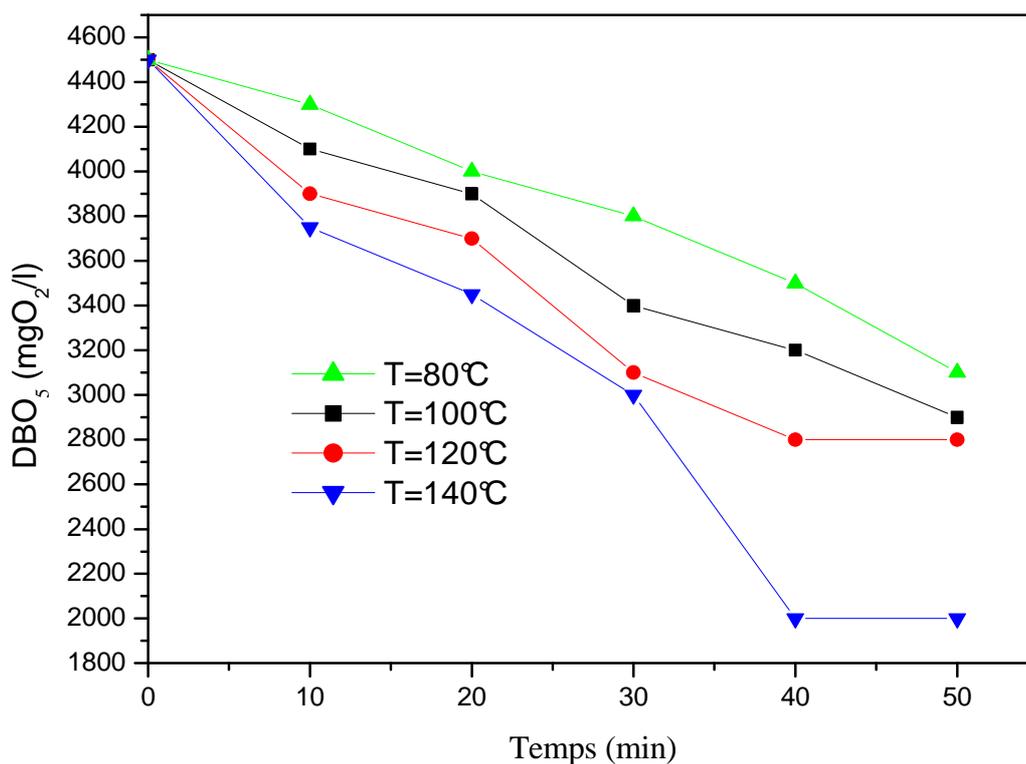
### II.3.1.6. Evolution de l'azote (NTK) et demande biologique en oxygène (DBO<sub>5</sub>) en fonction de traitement thermique

La figure II.9 montre l'évolution de NTK en fonction de la température après 40 minutes du traitement thermique. D'après la figure on observe une diminution de la quantité d'azote totale avec l'augmentation de la température.



**Figure II.9 : Evolution de NTK en fonction de la température.**

D'après la figure II.10 on remarque une diminution de la DBO<sub>5</sub> avec le temps de traitement thermique pour différentes températures avec un palier après 40 minutes de traitement pour les deux températures les plus élevés.

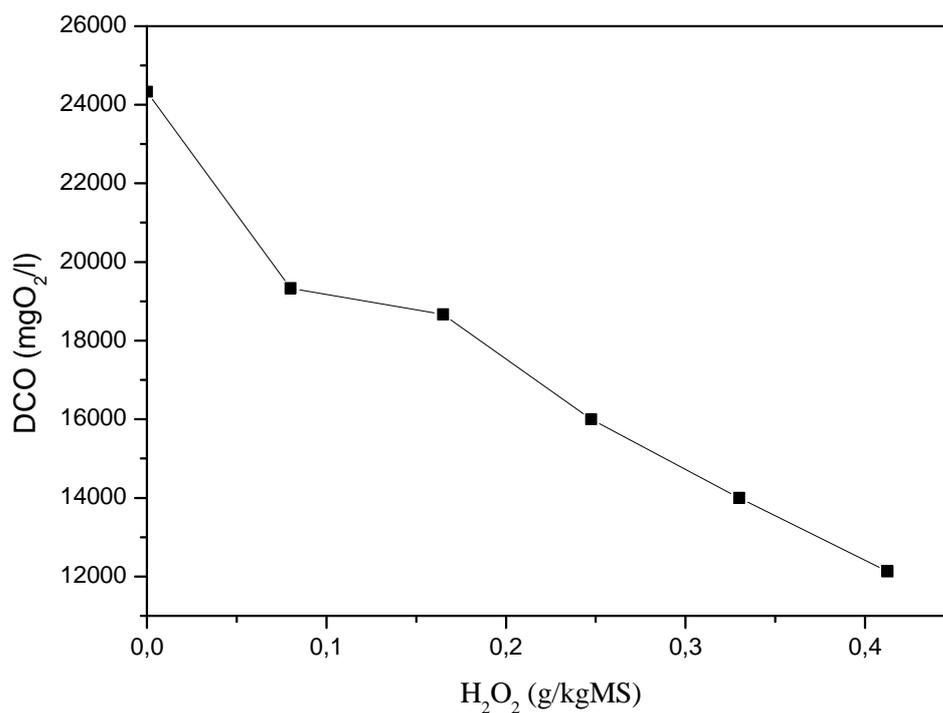


**Figure II.10 : Evolution de la turbidité en fonction du temps de traitement thermique.**

### II.3.2. Effet de traitement par le peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) sur boues activées

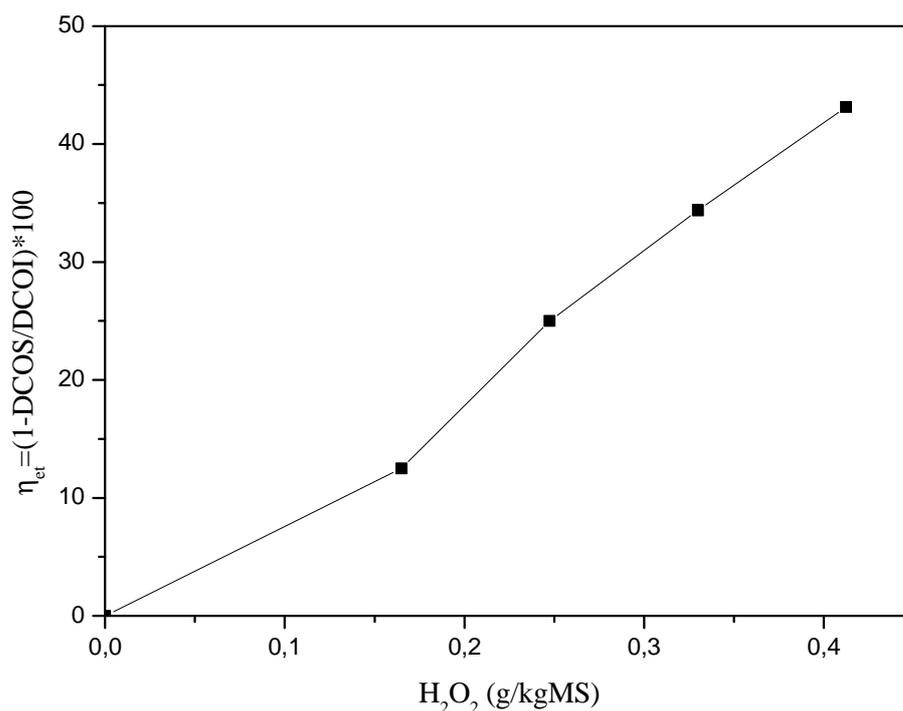
#### II.3.2.1. Effet de traitement par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur la biodégradabilité de la demande chimique en oxygène ( DCO)

Afin d'étudier l'effet de la dose de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur la biodégradabilité de la DCO, une série d'essais a été réalisée avec différentes doses de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> après une heure de réaction. D'après la figure II.11 on remarque une diminution de la DCO en fonction de la dose de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ajouté. Ceci peut s'expliquer par la solubilisation de la matière organique sous forme de CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O.



**Figure II.11: Evolution de la DCO en fonction de la dose de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.**

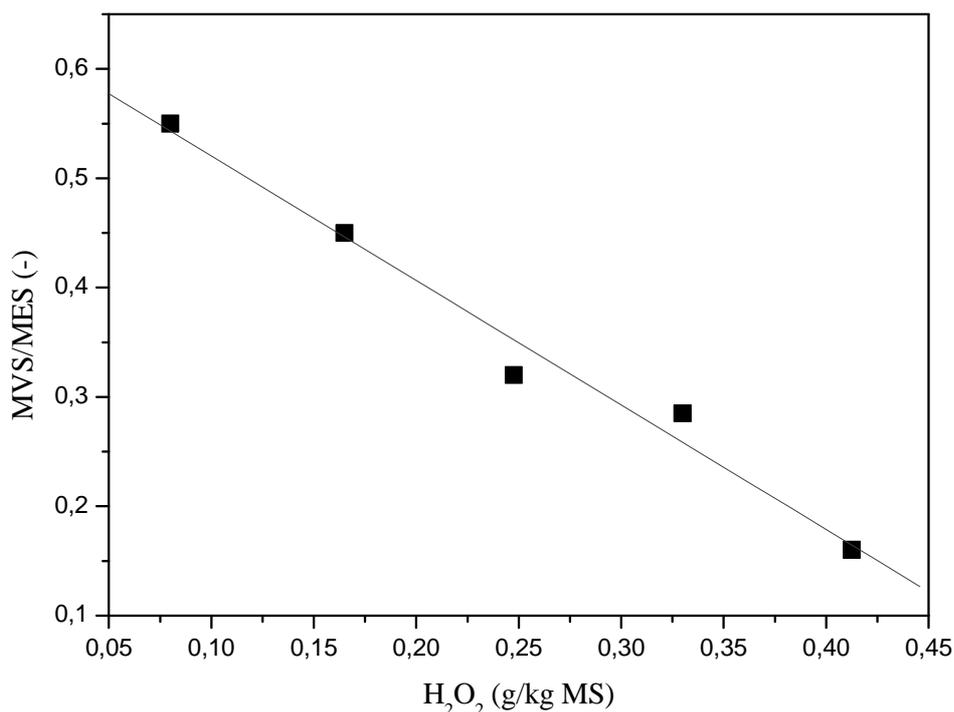
L'évolution du taux d'abattement (efficacité) de la DCO en fonction de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (figure II.12) permet de déterminer une augmentation du taux de solubilisation de 12% à 45% pour une dose de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> variant de 0 à 0,4g/kgMS. D'après (Kim et al., 2009) cette augmentation du taux de solubilisation de la DCO des boues provoque une solubilisation des lipides et une dégradation des glucides.



**Figure II.12 : Effet du traitement par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur l'abattement de la DCO.**

### **II.3.2.2. Solubilisation de la matière minérale des boues par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**

La figure II.13 montre l'évolution du rapport MVS/MES en fonction de la dose de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Le rapport MVS/MES diminue de façon linéaire avec l'augmentation de la dose de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, suite au traitement : il passe de 55% pour les boues brutes à 16% pour les boues traitées pour une dose de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> de 0,4 g H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.g/Kg MS. Cette diminution du rapport MVS/MES entraîne une modification de la composition finale des boues, dont il faudra tenir compte en vue de leur élimination. En effet, une diminution de la teneur en matière organique des boues finales entraîne une diminution de leur pouvoir calorifique et une augmentation de la concentration en sels. Ceci peut, par la suite, poser des problèmes lors de leur épandage.

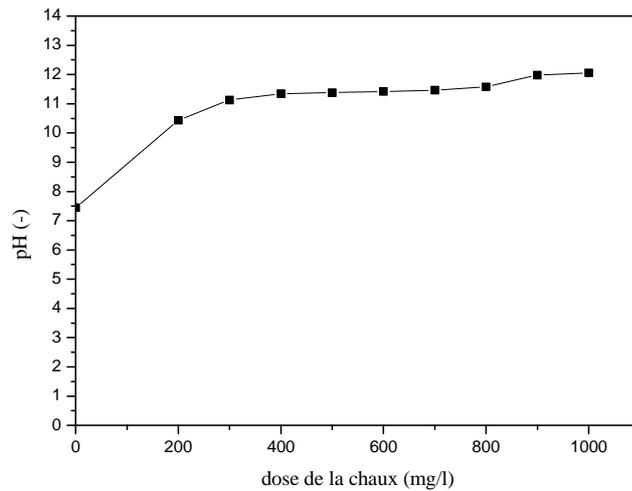


**Figure II.13 : Effet du traitement par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sur rapport MVS/MES (la ligne continue correspond à un ajustement linéaire des points expérimentaux).**

### **II.3.3. Effet de traitement par la chaux sur boues activées**

#### **II.3.3.1. Effet de traitement par la chaux sur le pH des boues actives**

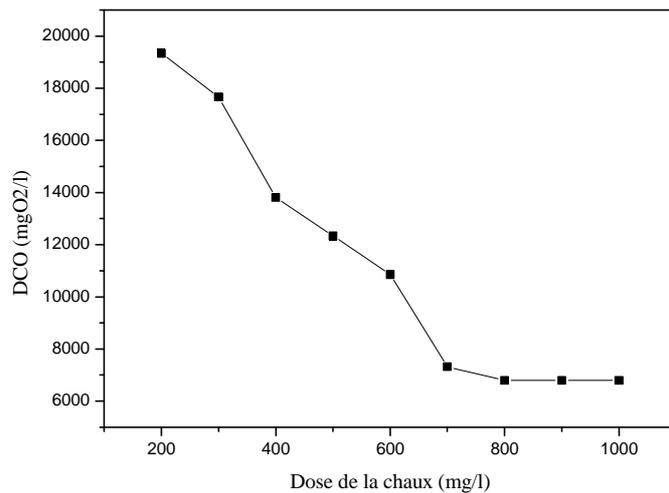
La chaux est utilisée pour le conditionnement des boues dans les filtres presses. La figure II.14 montre l'augmentation du pH des boues en fonction de la dose de la chaux ajoutée. En fait, jusqu'à une dose de la chaux transférée de 1 g par 1 litre des boues activées le pH est à peu près constant. On peut expliquer cette augmentation du pH par l'augmentation de la température des boues par la chaux. Selon des auteurs (Dosset et al., 1999 , Hamdani et al., 2004) cette augmentation du pH par la chaux provoque une diminution de la solubilité de l'hydroxyapatite et une élimination du phosphore des boues. Pour des pH supérieurs à 11 l'hydroxyapatite est insoluble.



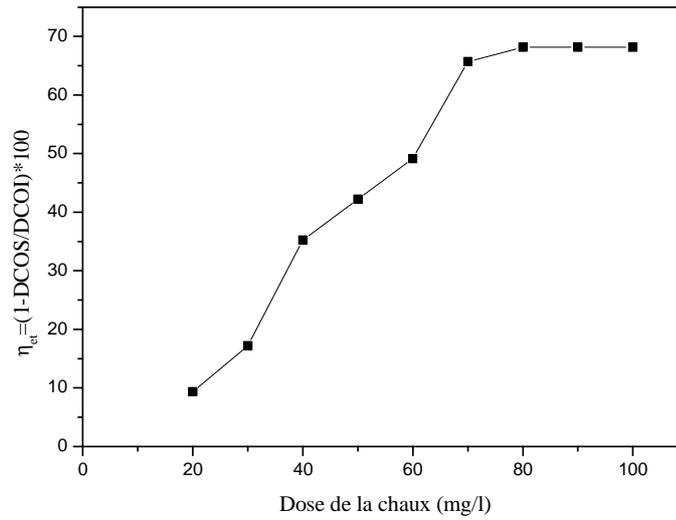
**Figure II.14 : Effet du traitement par la chaux sur le pH des boues.**

### II.3.3.2. Effet de traitement par la chaux sur la DCO des boues actives

La figure II.15 montre la diminution de la DCO avec l'augmentation de dose de la chaux cette diminution de la DCO avec une valeur constante pour des doses de la chaux supérieures à 800 mg/l. Cette stabilité de la DCO peut s'expliquer par l'adsorption des matières organique sur la chaux qui provoque une saturation des surfaces spécifiques de la chaux. En termes de taux d'abattement l'augmentation de la dose chaux provoque un taux de solubilisation de la DCO de 10% à 68 % puis se stabiliser (Figure II.16).



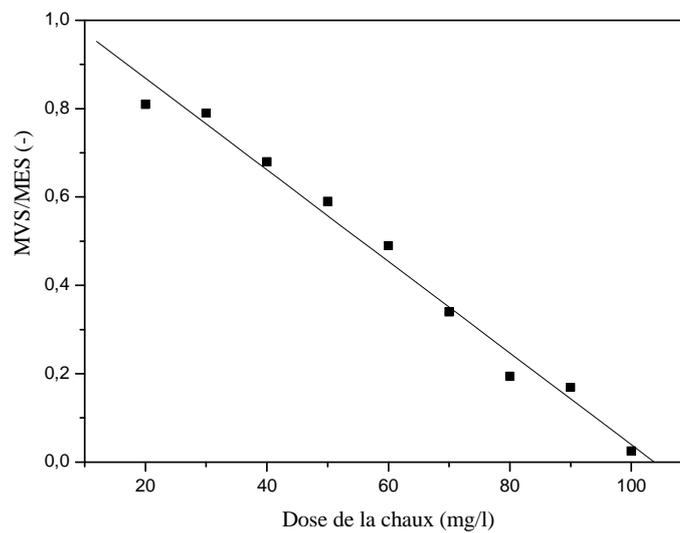
**Figure II.15 : Effet du traitement par la chaux de la DCO des boues.**



**Figure II.16 : Effet du traitement par la chaux sur l'abattement de la DCO.**

**II.3.3.3. Effet de traitement par la chaux sur le rapport MVS/MES des boues actives**

Sur la figure II.17 on peut observer une diminution linéaire du rapport MVS/MES de 0,92 à 0,025.



**Figure II.17 : Effet du traitement par la chaux sur le rapport MVS/MES (la ligne continue correspond à un ajustement linéaire des points expérimentaux).**

### II.3.4. Traitement couplé thermo-oxydant-chaux

Une fois connue la performance des trois traitements (thermique, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et chaux) , nous nous sommes intéressés au traitement couplé thermo-oxydant-chaux . Ce traitement a été réalisé en batch à pH de 6,5 et à 100°C. Les boues utilisées ont un âge de 15 jours. Pour cette expérience nous avons utilisé le même système décrit au paragraphe II.2.2 avec l'ajout de 10 g de la chaux et de 3 ml de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Les échantillons prélevés sont refroidis dans de la glace. Les boues introduites dans le réacteur d'oxydation sont alors chauffées jusqu'à la température 100°C. Au moment où les boues arrivent à la température de consigne, le peroxyde d'hydrogène est ajouté. 50 ml de boues traitées sont prélevées toutes les 10 min pendant 60 minutes du traitement. L'arrêt de la réaction s'effectue par l'addition de l'acide phosphorique concentré.

#### II.3.4.1. Effet de traitement couplé sur le pH de la boue active

Dans le cas du traitement **thermo-oxydant -chaux**, la valeur initiale est de 6,5 après 10 min de traitement le pH augmente à 12,7 et se stabilise à cette valeur quelque soit le temps de traitement et la dose de la chaux (figure II.18). L'addition de chaux dans une boue permet la dilution des éléments métalliques en trace. La spéciation chimique des ces éléments est modifiée par la dilution, l'augmentation du pH et la forte concentration des ions entrant en compétition avec les ions métalliques présents. Cette modification entraîne une diminution de l'extracibilité des métaux de la boue chaulée (Wiar et Reveillere , 1995).

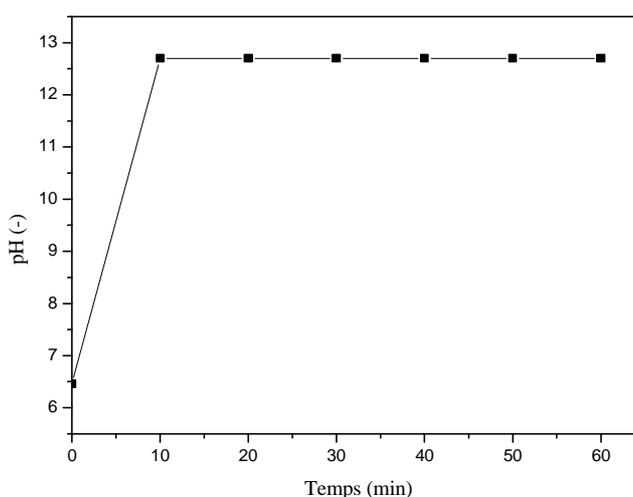
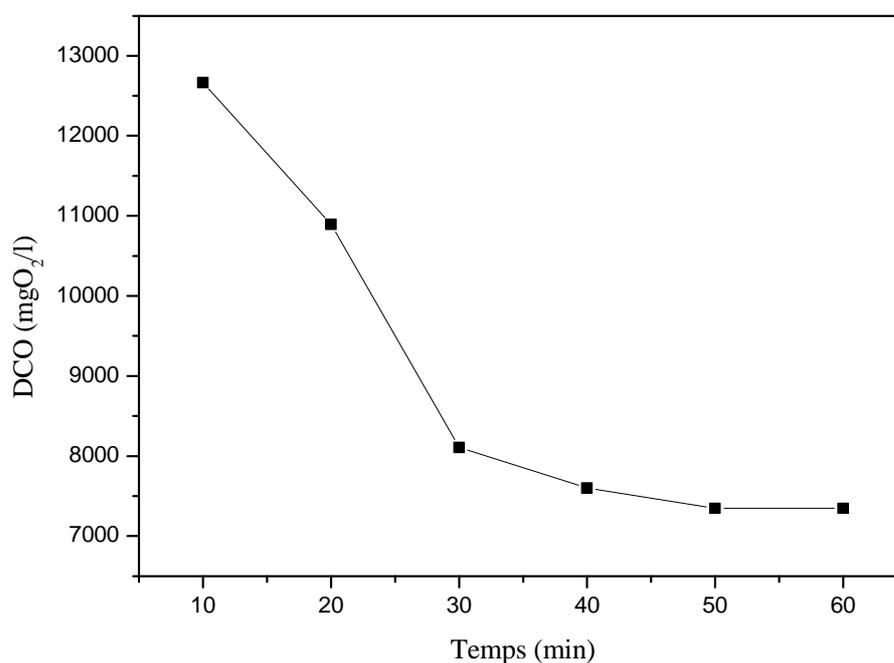


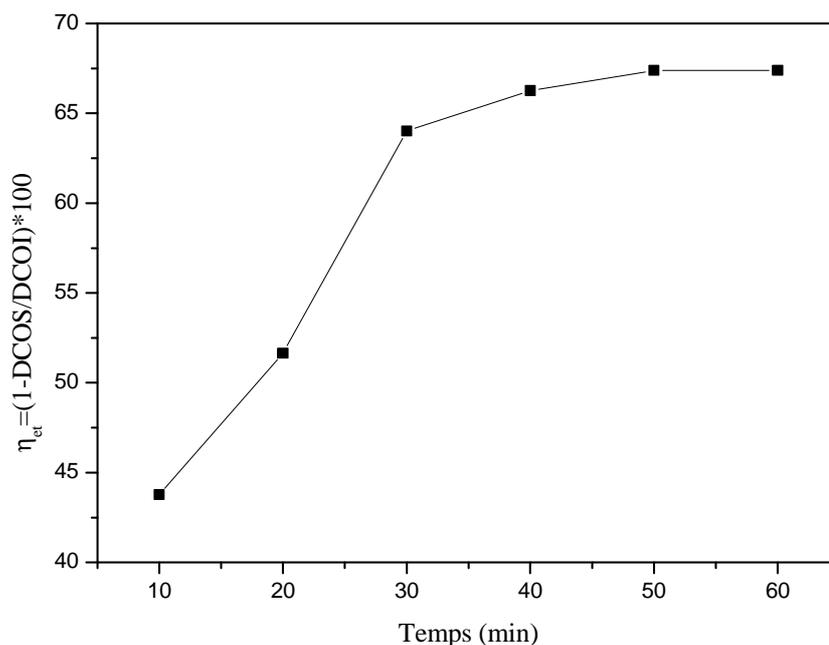
Figure II.18 : Effet du traitement couplé sur le pH de la boue activée.

### II.3.4.2. Effet de traitement couplé sur la DCO des boues actives

La figure II.19 présente l'évolution de la DCO en fonction du temps de traitement. On remarque une diminution rapide durant les 30 premières minutes ensuite cette diminution devient plus lente et se stabilise après 50 min ou le taux d'abattement est de 68%, (Figure II.20). Cette stabilité du taux d'abattement de la DCO peut s'expliquer par une saturation d'adsorption des matières organiques sur la chaux (Gulkaya et al., 2006).



**Figure II.19 : Evolution de la DCO en fonction du temps de traitement couplé.**



**Figure II.20 : Effet du traitement par la chaux sur l'abattement de la DCO de la boue.**

#### **II.4. Conclusion**

La production des boues dans les stations d'épuration urbaine et industrielles présente des risques environnementaux, écologiques, sociaux et économiques. Dans ce chapitre on a proposé de diminuer la production de ces boues par des traitements physicochimiques tels que le traitement thermique, le traitement par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, le traitement par la chaux et le couplage entre les trois traitements (thermique-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-chaux).

D'après les résultats obtenus, nous avons montré que les trois traitements (thermique, chaux et H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) et leur couplage permettent de réduire la DCO, le rapport matières volatiles en suspension sur matière en suspension (MVS/MES) et d'augmenter le pH, avec une efficacité plus importante pour le traitement thermique (73,3%), chaux (68%) et enfin le traitement par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Cependant le traitement par la chaux est le plus rentable et le moins couteux pour les applications industrielles.

Les résultats sur l'effet du traitement thermique et d'addition de peroxyde d'hydrogène sur les propriétés physico-chimiques et rhéologiques des boues activées de station d'épuration ont été publiés (voir article en annexe 1).

## Références bibliographique

- AFNOR . Collection of French standard methods. Water quality (Environment) 1994; Ed. *AFNOR, Paris, France*.
- Bougrier C. Optimisation du procédé de méthanisation par mise en place d'un co-traitement physico-chimique: Application au gisement de biogaz représenté par les boues d'épuration des eaux usées. Thèse de doctorat en Génie des procédés 2005, Université Montpellier II.
- Dosset S., Morel J.L., Wirat J. influences du challenge sur la biodisponibilité des éléments métallique en trace incorporés au sol lors de l'épandage des boues de saturation d'épuration. *Etudes et gétions des sols* 1999, (6) :105-114.
- Gulkaya I., Surucu G.A., Dilek F.B. Importance of  $H_2O_2/Fe^{2+}$  ratio in Fenton's treatment of a carpet dyeing wastewater. *Journal of Hazardous Materials* 2006, (B163): 763-769.
- Hamdani A., Chennaoui M., Assobhei O., Mountadar M. Caractérisation et traitement par coagulation-décantation d'un effluent de laiterie. *INRA, EDP sciences 2004 , Lait* (84) : 317-328.
- Hammadi L., Ponton A., Blhadri M. Effects of heat treatment and hydrogen peroxide ( $H_2O_2$ ) on the physicochemical and rheological behavior of an activated sludge from a water purification plant. *Procedia Engineering* 2012 , (33): 293 – 302.
- Ipek G., Gulerman A., Filiz B. Importance of  $H_2O_2/Fe^{2+}$  ratio in Fenton's treatment of a carpet dyeing wastewater. *Journal of Hazardous Materials* 2006, (B136) : 763–769.
- Juste C., Solda P. influence de l'addition de différents matières fertilisante sur la biodisponibilité du cadmium , du manganése, du nikel et du zinc contenus dans un sol sableux amendé par des boues de sation d'épuration. *J.Prod.Agric* 1988, (3) :232-237.
- Kim T.H., Lee S.R., Nam Y.K., Yang J., Park C., Lee M. Disintegration of excess activated sludge by hydrogen peroxide oxidation. *Desalination* 2009, (246): 275-284.
- Morgan J., Forster C., Evison L. A comparative study of the nature of biopolymers extracted from anaerobic and activated sludges. *Water Research* 1990, (24): 743-750.
- Wiar J., Reveillere M. La teneur en éléments traces métalliques des boues résiduaire des stations d'épuration urbaines françaises. *T.S.M* 1995 , (12) : 913-922.

## **Chapitre III Etude rhéologique des vases du barrage de Fergoug**

### **III.1. Introduction**

L'envasement des barrages représente un grand problème en Algérie où plus de 50% des barrages sont envasés. A l'heure actuelle, les vases de certains barrages sont rejetées à l'aval des digues lors du dévasement par des moyens hydrauliques. Ceci est à l'origine d'énormes problèmes comme le colmatage de la rivière et des désastres écologiques tel que le cas de la Macta de Marsa El-Hadjadj dans l'ouest Algérien lors du dévasement du barrage de Fergoug. La maîtrise des techniques de dévasement ainsi que la valorisation des vases érodées passe par la compréhension du comportement rhéologique des vases et des relations avec leurs caractéristiques physico-chimiques. Les vases sont caractérisées par des comportements rhéologiques complexes : rhéofluidification, seuil d'écoulement, plasticité et thixotropie. Ces propriétés rhéologiques sont gouvernées par la nature des argiles, les paramètres physico-chimiques (pH, force ionique, nature des ions...) et la présence des polymères. D'autre part, ces propriétés rhéologiques jouent un rôle fondamental sur les écoulements et les performances des techniques de transport comme les pertes d'énergie linéaires et singulières, zones de non écoulement, recirculation, temps de démarrage, etc. La nature hétérogène de ces fluides et les interactions particulières à l'échelle macroscopique sont la source de propriétés de volume hautement non linéaires mais également de propriétés d'interface fluides-parois qui doivent être intégrées dans la compréhension des phénomènes.

Dans cette étude, on s'intéresse au comportement rhéologique des vases de barrage de Fergoug, qui est une caractéristique très importante pour le transport des ces vases.

### **III.2. Matériels et méthodes**

#### **III.2.1. Préparation des échantillons**

La vase utilisée dans cette étude a été prélevée dans la zone de rejet du barrage de Fergoug, situé dans la région de Perrégaux (ouest Algérie). Ce barrage est le premier ayant subi des opérations de dragage en Algérie de 1986 à 1989 avec plus de 10 millions de m<sup>3</sup> de vases draguée. Ce dragage a été réalisé avec une drague suceuse refouleuse flottante. Les sédiments (vases) sont aspirés par la drague et refoulés à travers une canalisation constituée d'une partie flottante et d'une partie fixe sur

plusieurs centaines de mètres de longueur. Cette canalisation sert aussi à transporter par refoulement des vases jusqu'à la zone de rejet située en aval du barrage.

La vase sous forme de poudre est placée dans une étuve pendant 24 heures à 40°C pour la déshydrater, puis broyée et passée aux tamis 200µm, 100µm et 80µm afin de faire en tari granulométrique compatible avec les géométries cône/plan et Plan/Plan utilisée pour les mesures rhéologiques. Ensuite la vase sous forme de poudre est dispersée sous agitation magnétique pendant 24 heures dans de l'eau distillée à différents concentrations massique (voir tableau III.1).

**Tableau III.1: Concentrations massiques des échantillons de vase étudiés**

Masse de la Vase (g)	Masse d'eau (g)	Concentration massique $C_m = \frac{M_V}{M_t} \times 100$ (%)
30	70	30
35	67	34
40	63	39
45	58	44
50	53	49

### III.2.2. Moyens expérimentaux

#### III.2.2.1. Rhéomètres utilisés

Les caractérisations rhéologiques des dispersions de la vase ont été effectuées avec deux rhéomètres à couple de rotation imposé (RS 150 et MARS II de la société Thermo-Fischer) au laboratoire Matière et Systèmes Complexes (Université Paris Diderot Sorbonne Paris Cité, France), équipés de deux géométrie cône- plan (C35/2°Ti, 35 mm de diamètre, 2 degrés d'angle, entrefer 104µm), et plan-plan à entrefer variable. Il dispose d'un système Peltier pour le contrôle de température. Pour limiter les effets d'évaporation pendant les mesures (changements de composition), une enceinte anti-évaporation est placée autour du dispositif de mesure.

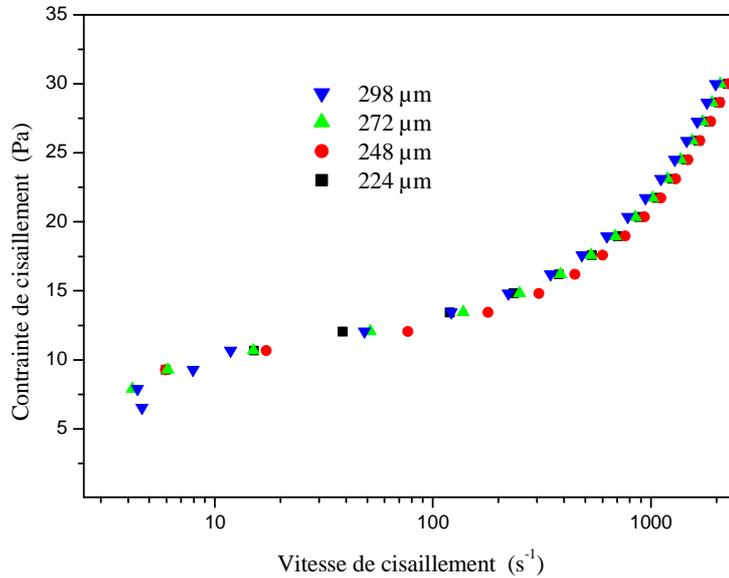
### III.3. Essais préliminaires

#### III.3.1. Effet de glissement et du diamètre sur l'écoulement de la vase

##### III.3.1.1. Effet de glissement

L'existence éventuelle de glissement aux parois a été étudiée à partir de mesures en écoulement réalisée avec la géométrie plan/plan à différents entrefers. Dans ce cas on a fixé une concentration massique de la vase à 40% et on fait varier

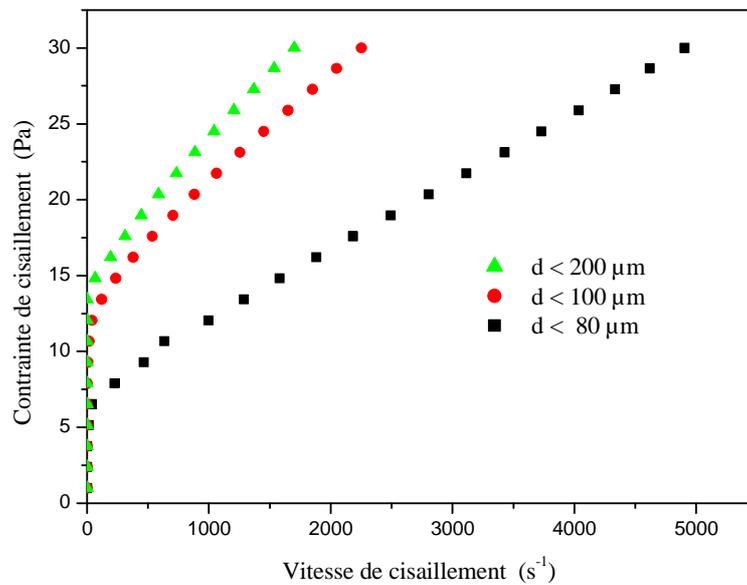
l'entrefer. La superposition des courbes d'écoulement pour différents entrefers (figure III.1) montre que l'effet glissement dans la plage de vitesse de cisaillement étudiée est négligeable.



**Figure III.1 : Courbe d'écoulement à différents entrefers pour un échantillon de vase ( $C_m= 40\%$ ).**

### III.3.1.2. Effet de la granulométrie

Pour tester l'effet de la granulométrie sur l'écoulement de la vase une série de tamis (80 $\mu m$ , 100 $\mu m$  et 200 $\mu m$ ) a été utilisée. Afin de conserver la même différence entre le diamètre de la particule et l'entrefer de la géométrie (24 $\mu m$ ), nous avons utilisé une géométrie plan- plan. On observe sur la figure 3.2 pour un échantillon de vase ( $C_m= 40\%$ ) une augmentation de la contrainte de cisaillement avec l'augmentation du diamètre des particules de la vase. L'augmentation de la contrainte de cisaillement avec les diamètres des particules peut être liée à l'interaction entre le diamètre et les charges négatives des surfaces des particules de la vase (Pevero et al., 2006).



**Figure III.2 : Courbe d'écoulement pour différent diamètres de la vase  
( $C_m=40\%$ ).**

### III.3.2. Choix de la géométrie et de protocole

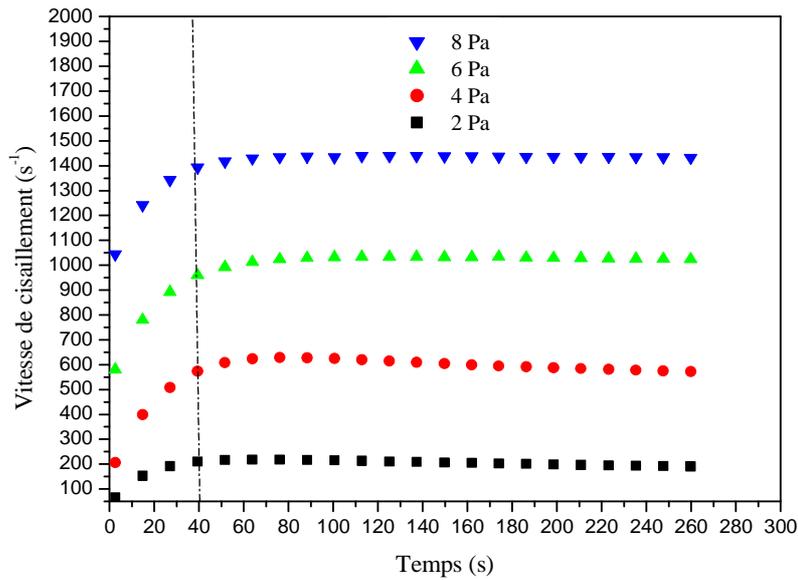
#### III.3.2.1. Choix de la géométrie

La connaissance de vitesse de cisaillement au sein du fluide est une condition importante pour la validité des mesures. Pour la géométrie plan/plan, la vitesse est nulle à proximité de l'axe central et maximale à la périphérie. Le cisaillement n'est donc pas homogène dans tout l'entrefer. De plus, pour les fluides à seuil, aux faibles vitesses de rotation, une partie de l'échantillon peut ne pas être cisailée, un cône peut se développer au voisinage de l'axe de rotation et du plan fixe.

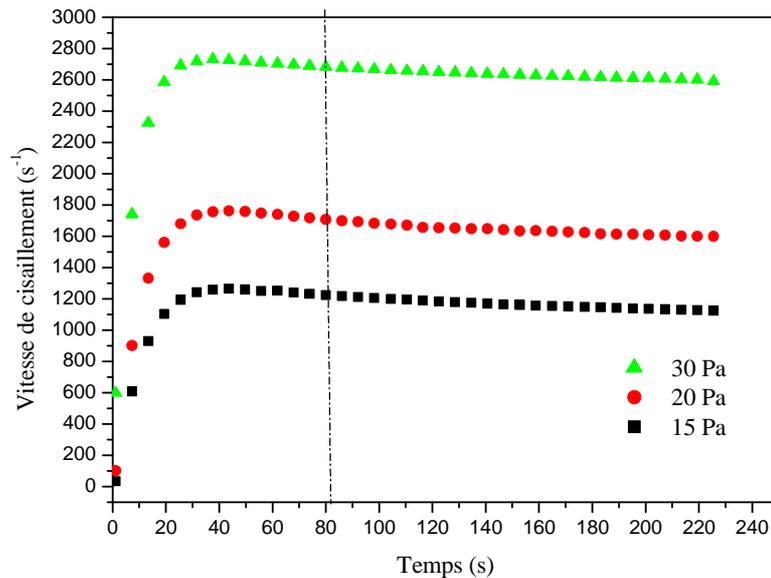
L'utilisation d'une géométrie de type cône-plan permet au contraire de garantir une vitesse de cisaillement homogène dans l'intervalle. Cependant, l'entrefer cette géométrie est imposée par l'angle du cône. Notre choix c'est donc porté sur une géométrie cône-plan (C35/2Ti).

#### III.3.2.2. Choix de protocole

Des essais préliminaires ont été effectués pour le choix de la rampe de contrainte et le temps de mesure pour atteindre le régime permanent. Dans cette section, le protocole appliqué consiste à imposer à l'échantillon de la vase des contraintes constantes et de suivre l'évolution de la vitesse de cisaillement au cours du temps. Les figures III.3 et III.4 présentent des exemples des résultats obtenus pour deux concentrations en vase ( $C_m=38\%$  et  $C_m=30\%$ ).



**Figure III.3: Variation de la vitesse de cisaillement en fonction du temps pour différents contraintes appliquées ( $C_m= 30\%$ ).**



**Figure III.4: Variation de la vitesse de cisaillement en fonction du temps pour différents contraintes appliquées ( $C_m= 39\%$ ).**

On remarque sur les figures III.3 et III.4 que le régime stationnaire est obtenu après environ 80 s de cisaillement pour l'échantillon de concentration de 38% et après 40 s de cisaillement pour l'échantillon de concentration de 30% pour les contraintes appliquées.

Nous avons ainsi fixé le protocole d'écoulement suivant :

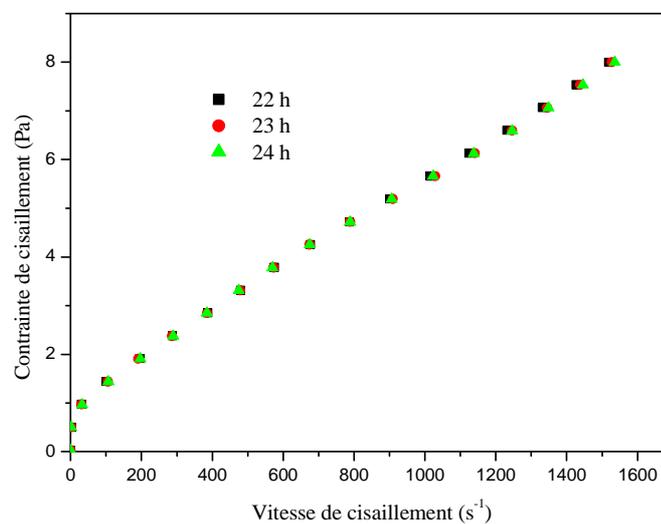
- Agitation magnétique en continu pour tous les échantillons de la vase
1. Pour les concentrations de 39%, 44% et 49%
    - Balayage linéaire croissant de contrainte de 1 Pa à 30 Pa, avec un pas 1 Pa chaque 100s (temps total de mesure de 3000 s).
  2. Pour les concentrations 30 et 34 %
    - Balayage linéaire croissant de contrainte de 0,03 Pa à 8 Pa, avec un pas 0,44 Pa chaque 50 s (temps total de mesure de 600 s).

### III.4. Résultats et discussion

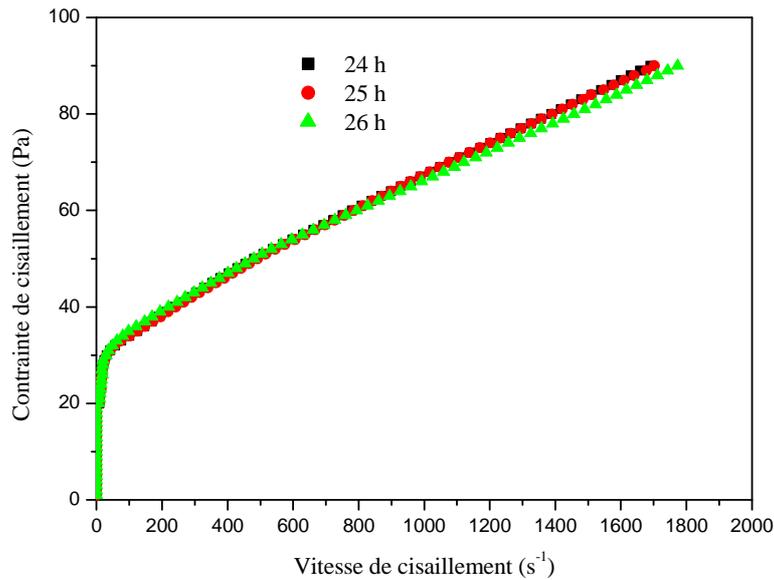
#### III.4.1. Reproductibilité et stabilité des mesures

##### III.4.1.1. Reproductibilité des mesures

Pour tester la reproductibilité de mesures des essais préliminaires ont été effectués avec un décalage d'une heure pour chaque prélèvement d'un échantillon de vase lequel l'agitation magnétique est maintenue constante. Les figures III.5 et III.6 montrent des exemples des résultats obtenus pour deux échantillons de vases ( $C_m=30\%$  et  $C_m=49\%$ ). La très bonne superposition des courbes est la signature d'une bonne reproductibilité des mesures sur différents prélèvements dans les conditions expérimentales fixées.



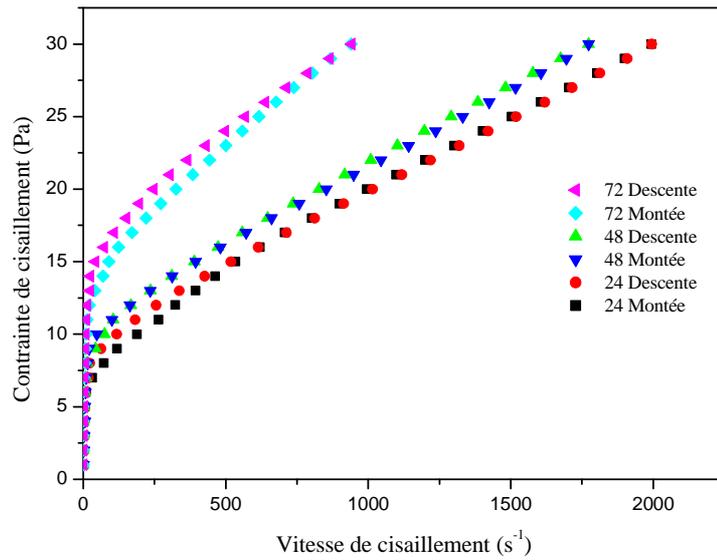
**Figure III.5 : Courbe d'écoulement de la vase du barrage ( $C_m=30\%$ ) sur trois prélèvements différents (22, 23 et 24 heures).**



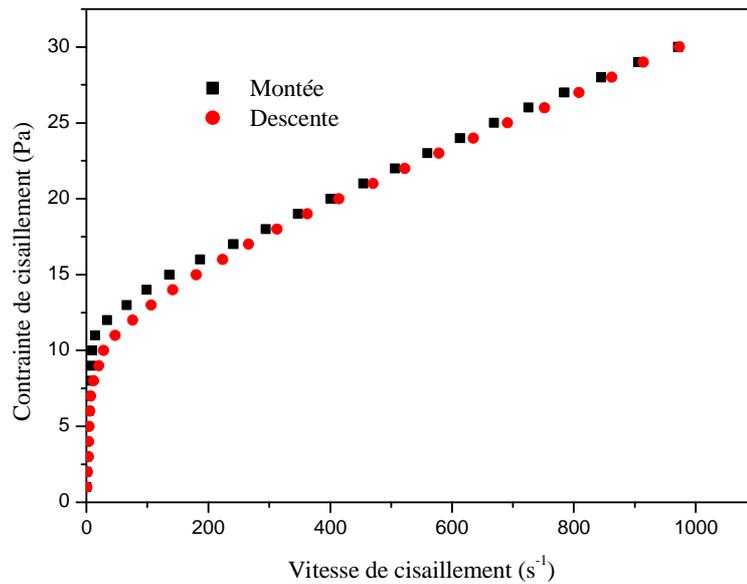
**Figure III.6 : Courbe d'écoulement de la vase ( $C_m= 49\%$ ) sur trois prélèvements différents (24, 25 et 26 heures).**

#### **III.4.2. Stabilité de la vase (Courbes montée-descente)**

Les essais (montée-descente en contrainte) ont mis en évidence un comportement rhéologique de la vase dépendant dû aux changements se produisant au niveau de la structure interne du fluide. Les figures III.7 et III.8 montrent les courbes d'écoulement obtenues pour deux concentrations en vase ( $C_m=39\%$  et  $C_m= 44\%$ ). Sur les figures on remarque que l'évolution structurale de la vase est réversible pour des temps d'agitation de 24, 48 et 72 heures et irréversible pour des agitations supérieurs à 72 heures.



**Figure III.7 : Courbe d'écoulement (montée-descente) de la vase ( $C_m=39\%$ ) après 24 heures, 48 heures et 72 heures.**



**Figure III.8 : Courbe d'écoulement (montée-descente) de la vase ( $C_m=44\%$ ) après 25 heures.**

### III.4.3. Effet du temps d'agitation et la concentration sur l'écoulement de la vase

#### III.4.3.1. Effet du temps d'agitation sur l'écoulement de la vase

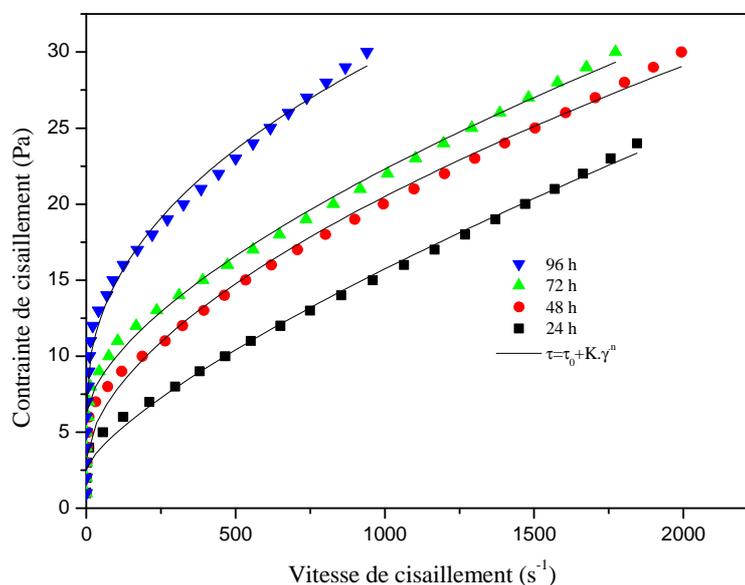
L'évolution des propriétés rhéologiques de la vase avec le temps d'agitation a été étudiée afin d'obtenir des informations sur sa stabilité, sa durée de vie ainsi que

son évolution. Dans cette série d'expériences nous avons réalisé des mesures chaque 24 heures pendant 120 heures avec agitation en continu de la vase.

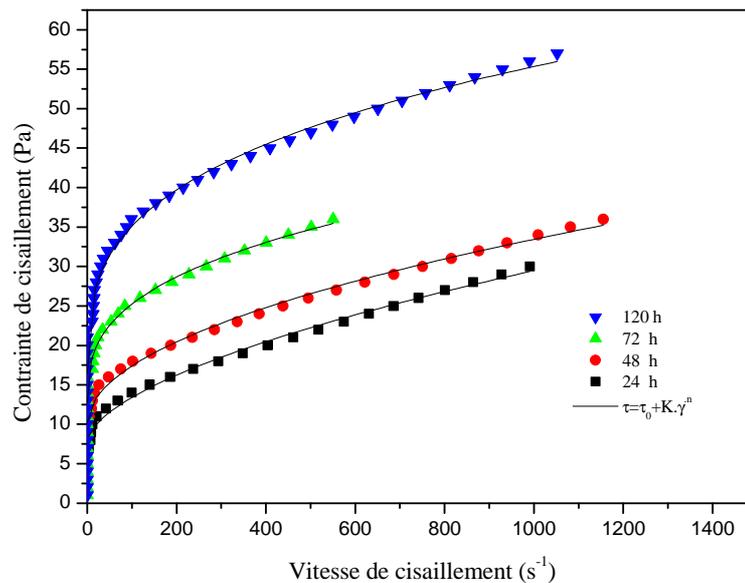
Les figures III.9 et III.10 montrent les courbes d'écoulement pour deux concentrations massique de la vase ( $C_m=39\%$  et  $C_m=44\%$ ) pour différents temps d'agitation. Les courbes d'écoulement sont bien décrites par le modèle de Herschel Bulkey (Equation III.1), quel que soit le temps d'agitation (Baudez et al., 2004).

$$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n \quad (\text{III.1})$$

avec :  $\tau_0$  le seuil d'écoulement (Pa), k indice de consistance ( $\text{Pa.s}^n$ ) et n indice d'écoulement (-).



**Figure III.9 : Courbe d'écoulement de la vase ( $C_m= 39\%$ ) après différents temps d'agitation.**



**Figure III.10 : Courbe d'écoulement de la vase ( $C_m= 44\%$ ) après différents temps d'agitation.**

### III.4.3.1.1. Evolution des paramètres rhéologiques en fonction du temps d'agitation

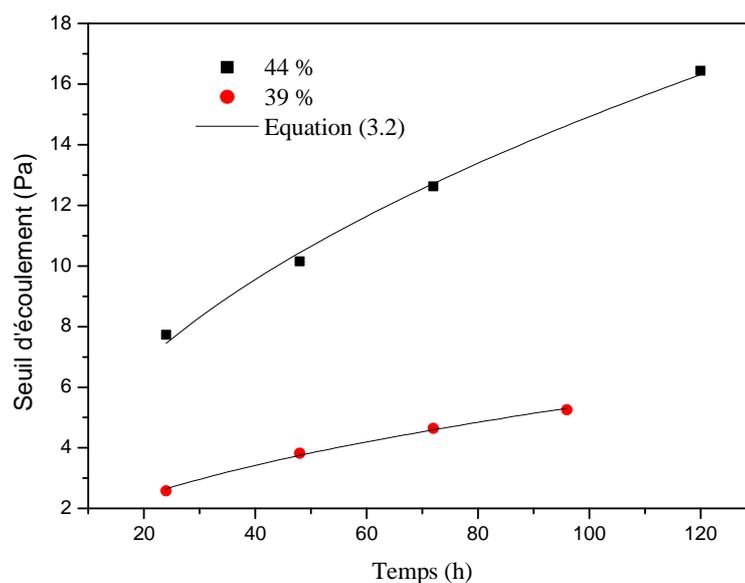
Les figures III.11 et III.12 montrent l'évolution du seuil d'écoulement, l'indice de consistance et de l'indice d'écoulement de la vase en fonction du temps d'agitation. On observe sur la figure III.11 une augmentation du seuil d'écoulement en fonction du temps d'agitation de la vase qui est bien décrite par une loi de puissance (Baudez 2001) de type:

$$\tau_0(t) = \tau_{t0} t^\alpha \quad (\text{III.2})$$

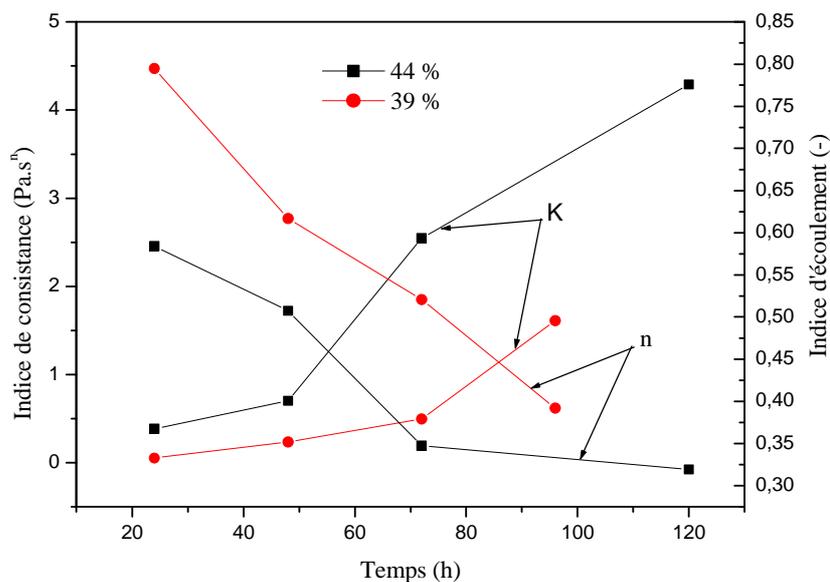
avec  $\tau_{t0}$  contrainte de cisaillement initiale à  $t=0$  s et  $\alpha$  indice de puissance qui dépend de la vitesse de cisaillement en 1/h. Le tableau III.2 donne les valeurs de  $\tau_{t0}$  et  $\alpha$  pour les deux concentrations massiques de la vase.

**Tableau III.2 : Valeurs de  $\tau_{t0}$  et  $\alpha$  de l'équation (III.2).**

Concentration (%)	$\tau_{t0}$ (Pa)	$\alpha$ (1/h)	$r^2$
39	0,537	0,501	0,996
44	1,584	0,487	0,995



**Figure III.11 : Evolution du seuil d'écoulement de la vase ( $C_m= 39\%$  et  $C_m=44\%$ ) en fonction du temps d'agitation.**



**Figure III.12 : Evolution de l'indice de consistance et de l'indice d'écoulement de la vase de la vase ( $C_m= 39\%$  et  $C_m=44\%$ ) en fonction du temps d'agitation.**

Sur la figure III.12 on remarque une diminution de l'indice d'écoulement et une augmentation de l'indice de consistance.

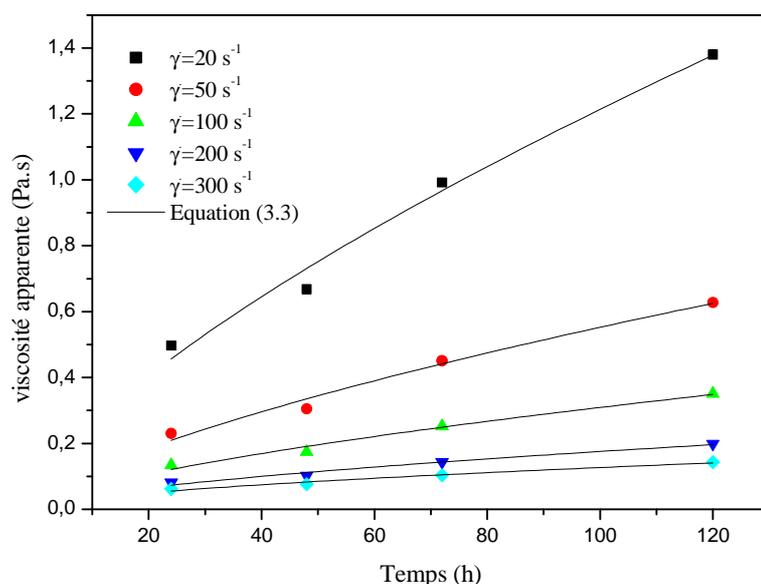
### III.4.3.1.2. Evolution de la viscosité apparente en fonction du temps d'agitation

La viscosité apparente a été calculée pour plusieurs vitesses de cisaillement et pour différents temps d'agitation de la vase. La figure III.13 montre l'évolution de la viscosité apparente de la vase en fonction du temps d'agitation pour plusieurs vitesses de cisaillement. La viscosité apparente est décrite par une loi de puissance en fonction du temps d'agitation pour différents vitesses de cisaillement (Figure III.13) de type :

$$\eta = \eta_{t0} t^{\alpha_0} \quad (\text{III.3})$$

avec  $\eta_{t0}$  la viscosité initiale en (Pa.s) à  $t=0$  s et  $\alpha_0$  indice de puissance qui dépend de la vitesse de cisaillement en (1/h).

Les figures III.14 et III.15 montrent l'évolution de la viscosité initiale  $\eta_{t0}$  et de l'indice de puissance  $\alpha_0$  en fonction de la vitesse de cisaillement pour une concentration massique de 44% en vase.



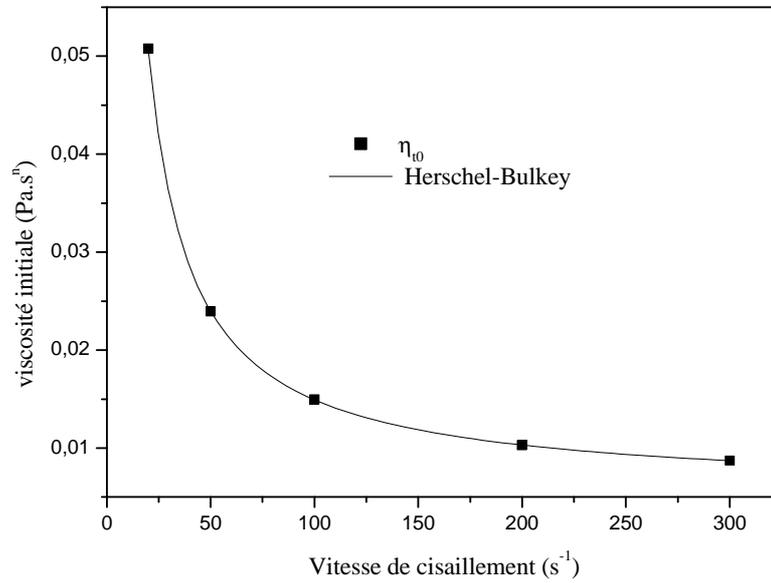
**Figure III.13 : Variation de la viscosité apparente de la vase ( $C_m=44\%$ ) en fonction du temps d'agitation pour différentes vitesses de cisaillement.**

Sur la figure III.14 on remarque une diminution de la viscosité initiale en fonction de la vitesse de cisaillement, elle tend vers une valeur constante à une vitesse de cisaillement élevé. Cette diminution de la viscosité initiale décrite par le modèle de Herschel-Bulkey :

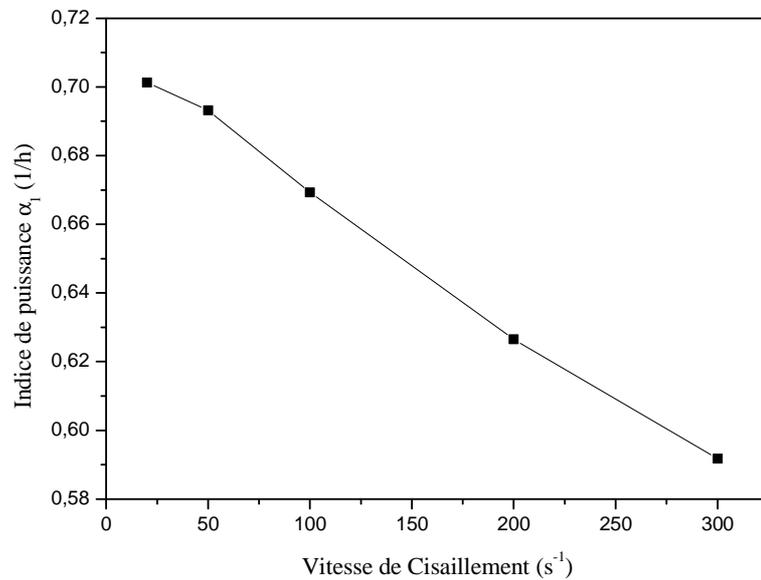
$$\eta_{t0} = \frac{\tau_{t0}}{\dot{\gamma}} + k\dot{\gamma}^{(n-1)} \quad (\text{III.4})$$

Avec:

$\tau_{t0} = (0,83 \pm 0,001) \text{ Pa}$  ,  $k = (0,007 \pm 0,0001) \text{ Pa.s}^n$  ,  $n = 0,95$  et  $r^2 = 1$ .



**Figure III.14 : Variation de la viscosité initiale (Equation III.3) de la vase de (C<sub>m</sub>= 44% ) en fonction de la vitesse de cisaillement.**

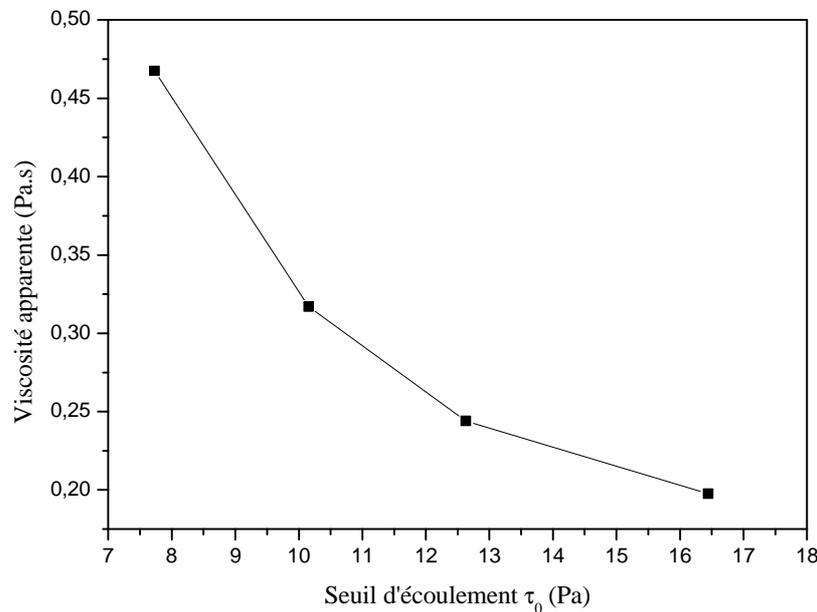


**Figure III.15 : Variation de l'indice de puissance d'équation (III.3) en fonction de la vitesse de cisaillement.**

L'équation (III.3) peut aussi s'écrire en termes de viscosité initiale et du seuil d'écoulement comme suit :

$$\eta = \eta_{t0} \left( \frac{\tau_0}{\tau_{t0}} \right)^{\frac{\alpha_0}{\alpha}} \quad (\text{III.5})$$

La figure III.16 montre l'évolution de la viscosité apparente en fonction du seuil d'écoulement, pour plusieurs temps d'agitation. On observe sur la figure une diminution exponentielle de la viscosité apparente avec l'augmentation du seuil d'écoulement. Si on laisse vieillir une vase suffisamment longtemps pour que le seuil d'écoulement  $\tau_0$  soit tend vers à l'infinie, alors la viscosité apparente est elle aussi tend vers à l'infinie (Baudez et al., 2004).



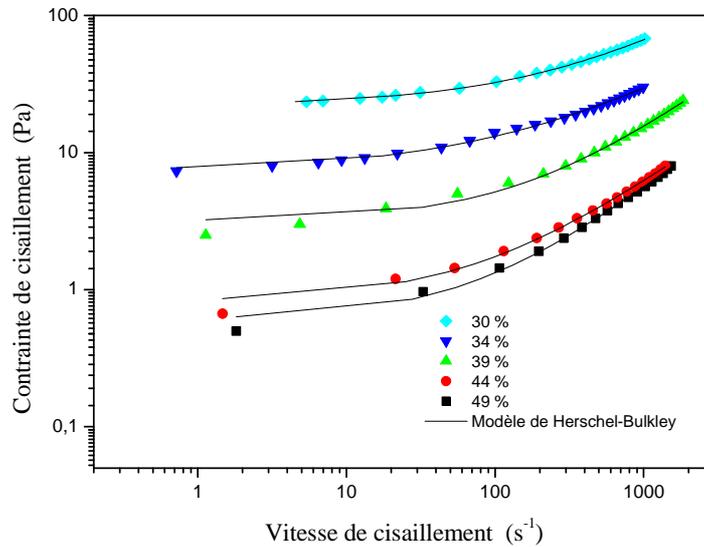
**Figure III.16 : Variation de la viscosité apparente en fonction du seuil d'écoulement de la vase du barrage ( $C_m = 44\%$ ).**

### III.4.4. Effet de la concentration massique sur l'écoulement de la vase

#### III.4.4.1. La loi de comportement

Pour étudier l'influence de la concentration massique sur l'écoulement de la vase, cinq concentrations ont été préparées (30%, 34%, 39%, 44% et 49%) à un pH=7. Pour assurer l'homogénéisation du fluide et la reproductibilité des mesures, les dispersions obtenues sont agitées magnétiquement en continu pendant 24 heures à température ambiante. La figure III.17 présente l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement pour différentes concentrations

de la vase du barrage de Fergoug. Le modèle de Herschel-Bulkley reproduit correctement le comportement rhéologique des suspensions de la vase.



**Figure III.17 : Courbe d'écoulement de la vase pour différents concentrations massique de la vase, après 24 heures d'agitation.**

La représentation de l'évolution du seuil de contrainte et de l'indice de consistance en fonction de la concentration massique en vase (Figure III.18), montre une augmentation de seuil d'écoulement et de l'indice de consistance en fonction de la concentration massique de la vase. L'augmentation du seuil d'écoulement et de l'indice de consistance en fonction de la concentration  $K$  suivant une loi exponentielle de type (Mori et al., 2006) :

$$\tau_0 = \tau_{01} \cdot \exp(b \cdot C_m) \quad \text{(III.6)}$$

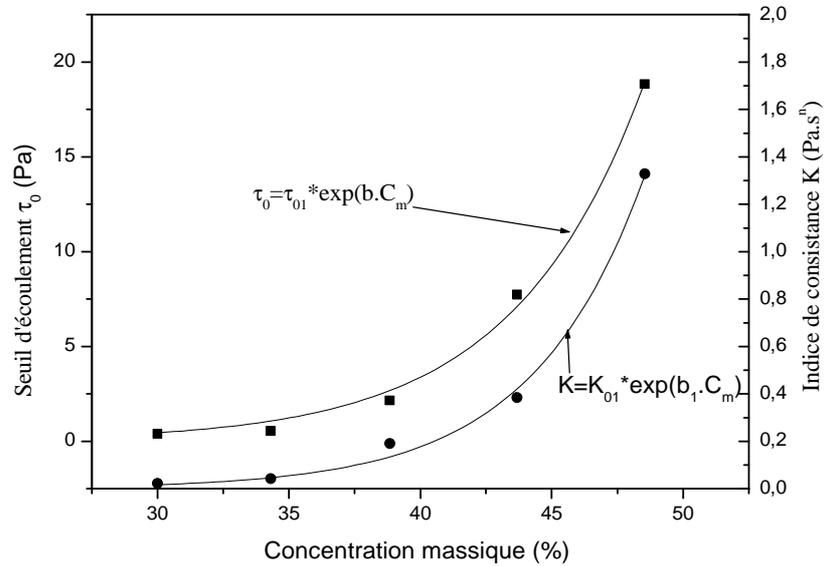
$$k = k_{01} \cdot \exp(b_1 \cdot C_m) \quad \text{(III.7)}$$

Le tableau III.3 résume les valeurs de la contrainte seuil initial  $\tau_{01}$  qui correspond à une concentration massique est égale zéro ( $C_m=0$ ), la consistance initial  $k_{01}$  et les constantes  $b$  et  $b_1$ . D'après Legrand 1971 les paramètres initiaux  $\tau_{01}$  et  $k_{01}$  dépendent essentiellement de la surface spécifique du matériau,  $b$  et  $b_1$  sont fonction de la nature et de la forme des grains.

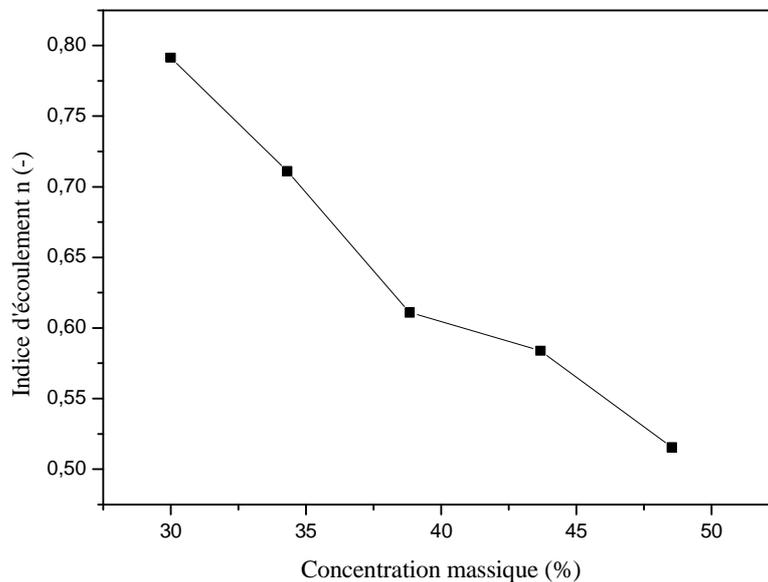
**Tableau III.3 : les valeurs de  $\tau_{01}$ ,  $K_{01}$ ,  $b$  et  $b_1$ .**

$\tau_{01}$ (Pa)	$k_{01}$ (Pa.s <sup>n</sup> )	$b$ (%)	$b_1$ (%)	$r^2$
0,00104	0,0001	0,202	0,236	0,996

La figure III.19 montre l'évolution de l'indice d'écoulement en fonction de la concentration massique de la vase du barrage. On observe sur la figure une diminution de l'indice d'écoulement avec l'accroissement de la concentration massique en vase.



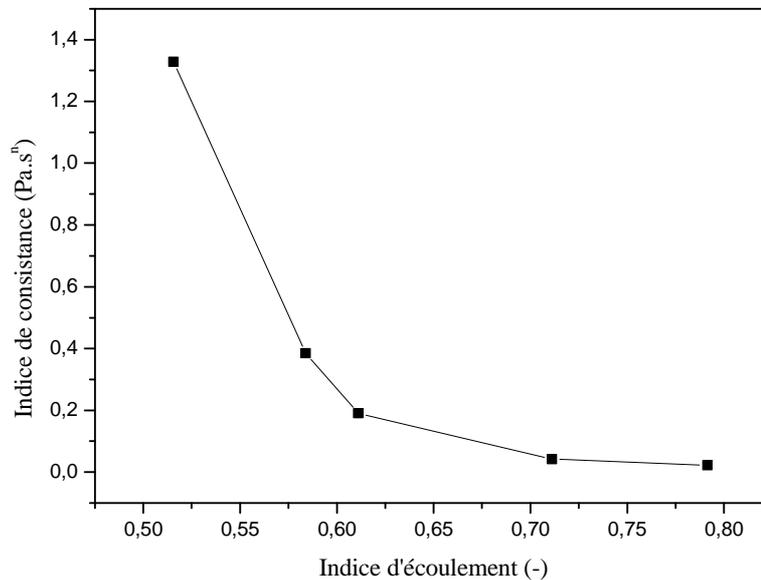
**Figure III.18 : Variation du seuil d'écoulement et de l'indice de consistance en fonction de la concentration massique de la vase.**



**Figure III.19 : Variation de l'indice d'écoulement en fonction de la concentration massique de la vase.**

La représentation de l'évolution de l'indice de consistance en fonction de l'indice d'écoulement de la vase de barrage (figure III.20) montre que l'indice de

consistance décroît fortement avec l'augmentation de l'indice d'écoulement de la vase ce que explique la fluidification de la vase.



**Figure III.20 : Evolution de l'indice de consistance en fonction d'indice d'écoulement de la vase.**

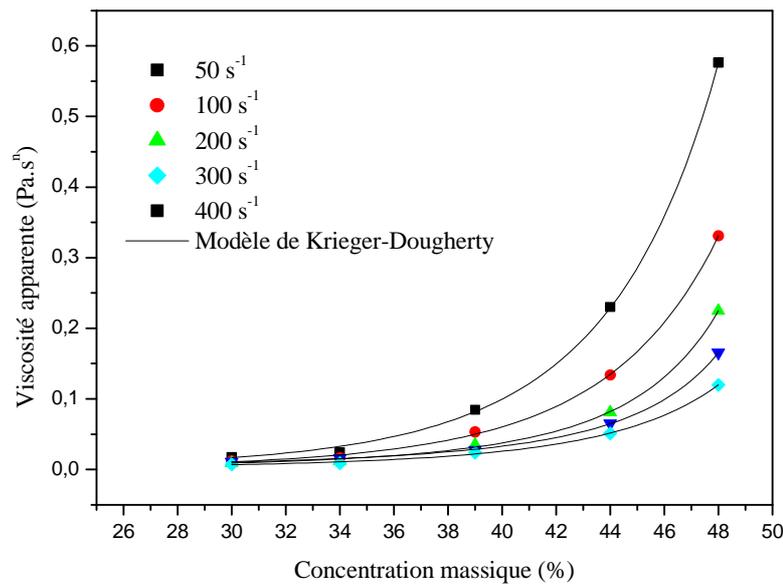
#### III.4.4.2. Viscosité apparente

Les viscosités apparentes ont été calculées pour plusieurs gradients de vitesse de cisaillement et pour différents concentration de la vase. La figure III.21 montre la variation de la viscosité apparente en fonction de la concentration massique de la vase.

L'évolution de la viscosité en fonction de la concentration massique de la vase est modélisée par le modèle de Krieger-Dougherty (Krieger et Dougherty., 1972) (Equation III.8).

$$\eta = \eta_{0app} \left[ 1 - \frac{C_m}{C_{mMax}} \right]^{(-\eta_{int} C_{mMax})} \quad (III.8)$$

avec  $\eta$  est viscosité apparente de la vase en Pa.s<sup>n</sup>,  $\eta_{0app}$  la viscosité apparente du fluide saturant en Pa.s<sup>n</sup>,  $C_{mMax}$  la concentration massique maximum de la vase en % et  $\eta_{int}$  la viscosité intrinsèque de la vase en Pa.s<sup>n</sup>



**Figure III.21 : Variation de la viscosité apparente de la vase en fonction de la concentration pour différents vitesse de cisaillement.**

Le tableau III.4 résume les valeurs des paramètres du modèle de Krieger-Dougherty pour différentes vitesses de cisaillement appliquée sur la vase.

**Tableau III.4 : Variation de  $\eta_{0app}$ ,  $\eta_{int}$  et de  $C_{mMax}$  en fonction de la vitesse de cisaillement.**

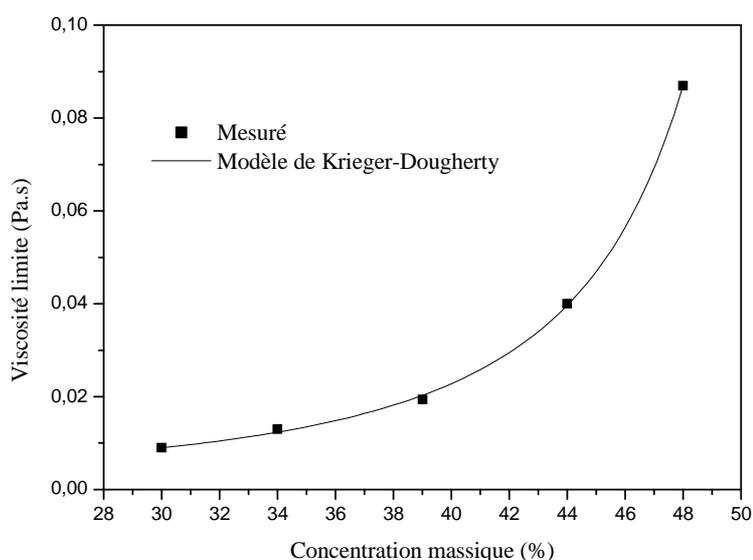
$\dot{\gamma}$ (s <sup>-1</sup> )	$\eta_{0app}$ (Pa.s <sup>n</sup> )	$\eta_{int}$ (Pa .s <sup>n</sup> )	$C_{mMax}$ (%)	$r^2$
50	0,0002	0,113	90,81	0,999
100	0,0003	0,095	80,33	0,999
200	0,0004	0,076	70,83	0,999
300	0,0005	0,067	67,24	0,999
400	0,0006	0,062	65,27	0,999

On observe une diminution de la concentration maximum et de la viscosité intrinsèque de la vase avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement alors l'augmentation de la vitesse de cisaillement induit une augmentation de la viscosité apparente du fluide saturant.

### III.4.4.3. Courbe de maîtresse

#### III.4.4.3.1. Evolution de la viscosité limite (d'équilibre) en fonction de la concentration massique en vase

La figure III.22 montre l'évolution de la viscosité limite en fonction de la concentration massique de la vase. Variation de la viscosité limite en fonction de la concentration massique est modélisée par le modèle de Krieger-Dougherty (Equation III.8). Avec :  $\eta_{0app}=0,0021$  Pa.s,  $\eta_{int}=0,034$  Pa.s,  $C_{mMax}=56$  % et  $R^2=0,999$ .



**Figure III.22: Variation de la viscosité limite en fonction de la concentration massique de la vase.**

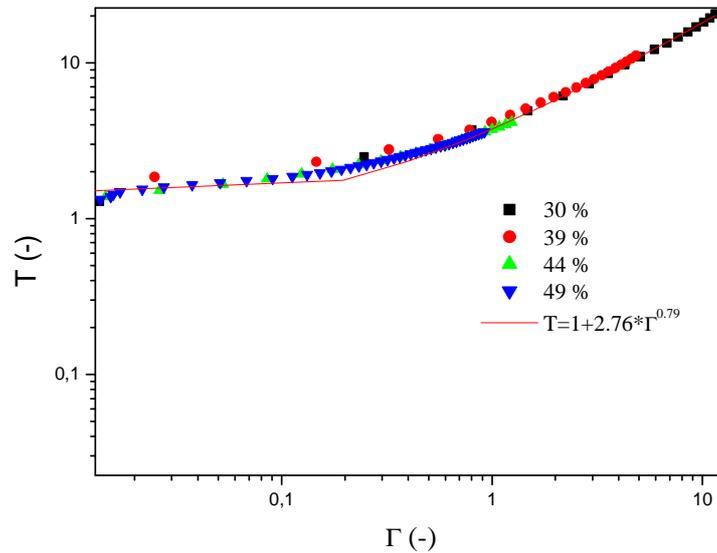
#### III.4.4.3.2. Courbe de maîtresse

Après avoir déterminé la concentration massique critique, on a normalisé la courbe d'écoulement par une courbe de maîtresse en utilisant une contrainte tangentielle adimensionnelle  $T = \frac{\tau}{\tau_0}$  et une vitesse de cisaillement adimensionnelle  $\Gamma = \frac{\eta\dot{\gamma}}{\tau_0}$  où  $\eta$  est la viscosité de la suspension équivalente de particules non-interactives en suspension (équation III.8).

Pour des faibles vitesses ( $\Gamma < 2$ ) la courbe d'écoulement correspond à un comportement à seuil qui peut être représenté par une équation adimensionnelle suivante :

$$T = 1 + K\Gamma^n \quad (\text{III.9})$$

où  $K$  et  $n$  sont des paramètres du matériau qui dépend des temps caractéristiques de la rupture et de la reformation des liens mais qui ne dépend pas de la concentration solide (Coussot, 1995 ; Baudez et al., 2011), dans notre cas  $K=2,76$  et  $n=0,79$ , pour les valeurs élevées de  $\Gamma$ , la courbe d'écoulement correspond à un comportement newtonien, (voir Figure III.23).



**Figure III.23 : Courbe maîtresse de la vase.**

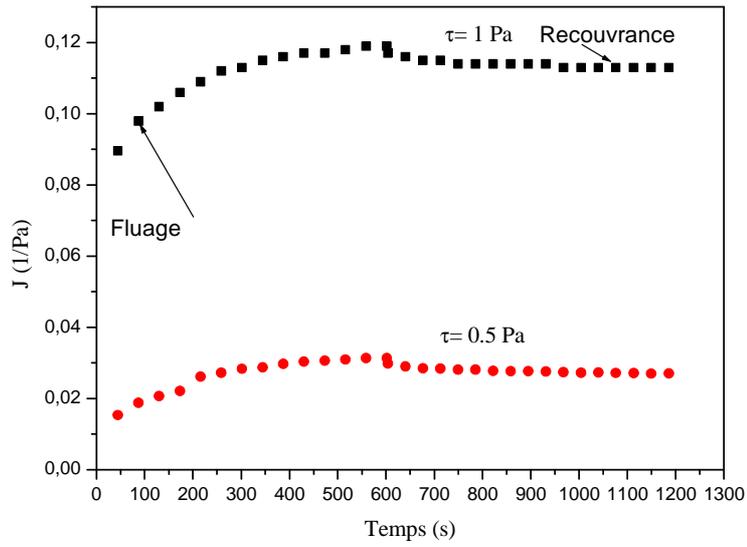
A partir de la courbe de maîtresse on peut déduire la contrainte de cisaillement de la vase du barrage simplement en connaissant le seuil d'écoulement initial à une concentration massique définie et la viscosité dynamique de la vase.

### III.5 Essais de fluage et dynamique

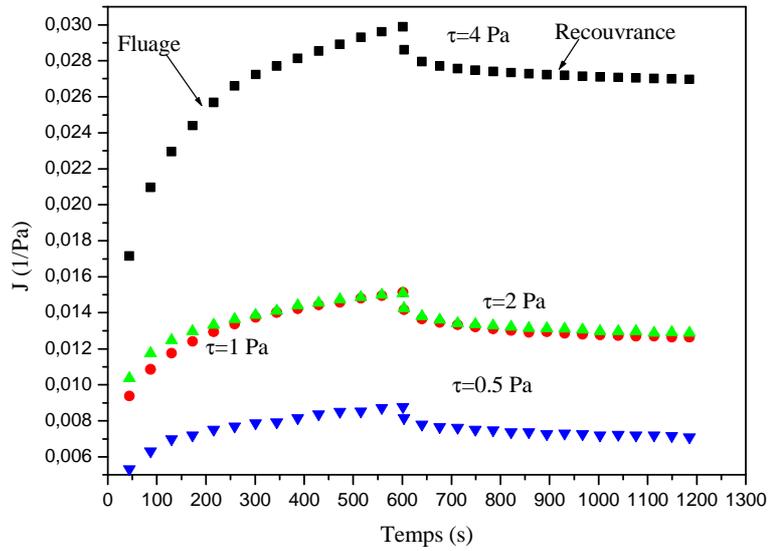
#### III.5.1. Essais de fluage

Les essais de fluage ont été réalisés pour trois concentrations massique en vase (39% , 44% et 49%) en appliquant un palier de contrainte constante  $\tau$  pour chaque concentration massique pendant un temps  $t=600$  secondes et en enregistrant l'évolution au cours du temps de la complaisance élastique pendant la phase de fluage, ou déformation par unité de contrainte, ( $J(t) = \frac{\gamma(t)}{\tau}$  ). Au bout de 600s la contrainte est ramenée instantanément à zéro et on mesure complaisance élastique pendant la phase de recouvrance pendant un temps de 600 s.

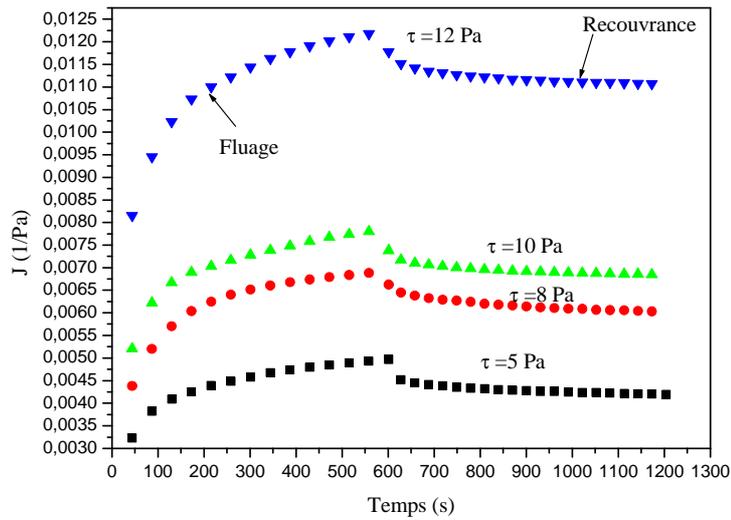
Les figures III.24, III.25, III.26 et III.27 montrent l'évolution des courbes de fluage en fonction de la contrainte appliquée pour trois concentrations massique de la vase ; pour des contraintes inférieures et supérieures au seuil d'écoulement.



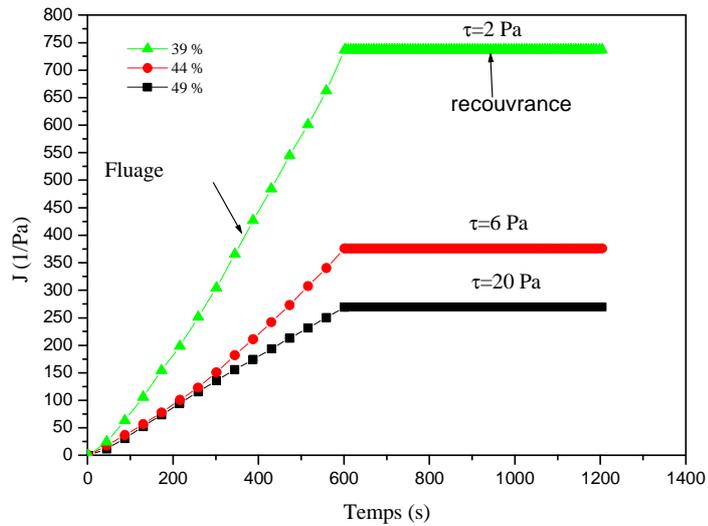
**Figure III.24 : Complaisance élastique et recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement de la vase ( $C_m=39\%$ ).**



**Figure III.25 : Complaisance élastique en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement de la vase ( $C_m=44\%$ ).**



**Figure III.26 : Complaisance élastique et recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement de la vase ( $c_m = 49\%$ ).**

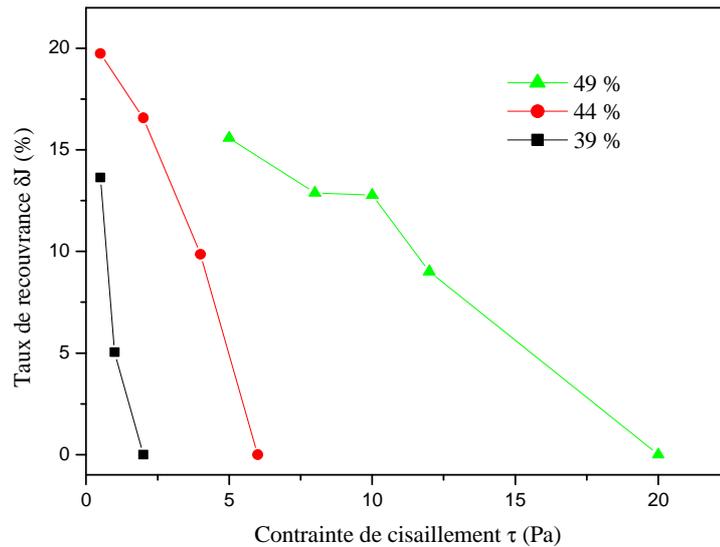


**Figure III.27: Complaisance élastique en fonction du temps pour des contraintes supérieures au seuil d'écoulement de la vase ( $C_m = 39\%$ ,  $44\%$  et  $49\%$ ).**

Pour quantifier l'effet de la contrainte sur le comportement viscoélastique de vase, nous avons calculé le taux de recouvrance atteint après l'annulation de la contrainte et la fin de relaxation de la vase défini par Duràn et al., 2002 :

$$\Delta J = 100 \frac{J(600) - J(1200)}{J(600)} \quad (\text{III.10})$$

La figure III.28 représente la variation du taux de recouvrance en fonction de la contrainte appliquée pour différentes concentrations massique de vase. On observe une diminution de  $\Delta J$  avec l'augmentation de la contrainte, plus la contrainte augmente plus la vase comporte comme un liquide.



**Figure III.28 : Variation de taux de recouvrance en fonction de la contrainte ( $C_m = 39\%$ ,  $44\%$  et  $49\%$ ).**

Le tableau III.5 donne des comparaisons entre le seuil déduit des mesures en écoulement et seuil mesurés en fluage. On observe sur le tableau une bonne concordance entre le seuil calculé par les essais de fluage et en écoulement.

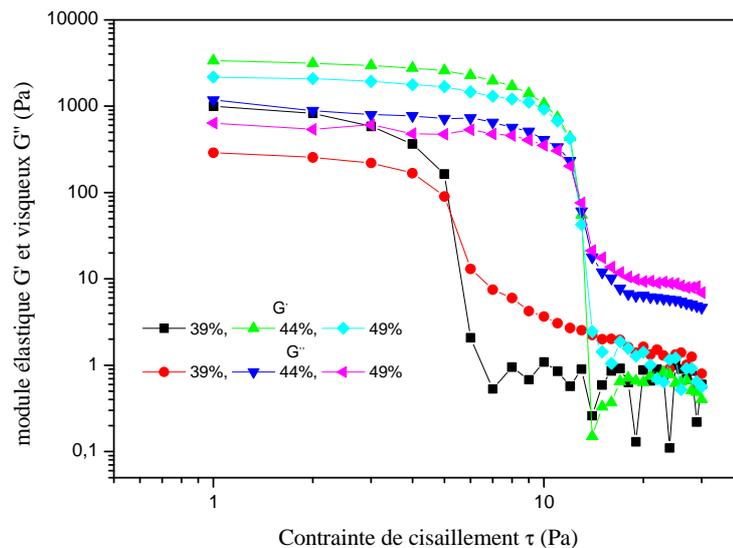
**Tableau II.5 : Valeurs du seuil d'écoulement calculé en écoulement et par les essais de fluage.**

$C_m$ (%)	$\tau_0$ écoulement (Pa)	$\tau_0$ fluage (Pa)
39	2,15	< 2
44	7,73	< 6
49	18,84	< 20

### III.5.2. Essais dynamiques

Les essais dynamiques sont réalisés pour une amplitude de contrainte de 1 à 30 Pa et une fréquence constante de 1 Hz. On observe sur la figure III.29 pour toutes les

concentrations de la vase le module élastique  $G'$  et visqueux  $G''$  sont fortement dépendant de la contrainte. Ceci signifie que la vase est déstructurée. Dans ce cas, pour des contraintes inférieures à une contrainte critique qui dépendante de la concentration massique en vase le module élastique  $G'$  est supérieur au module visqueux  $G''$ , lorsque la contrainte critique est dépassée le module visqueux  $G''$  devient supérieur au module élastique  $G'$  et la suspension de la vase se présente dans un état visqueux et liquide.



**Figure III.29 : Module élastique et visqueux en fonction de la contrainte pour une fréquence de 1 Hz ( $C_m=39\%$  ,  $44\%$  et  $49\%$  ).**

### III.6. Effet de la température sur le comportement rhéologique de la vase

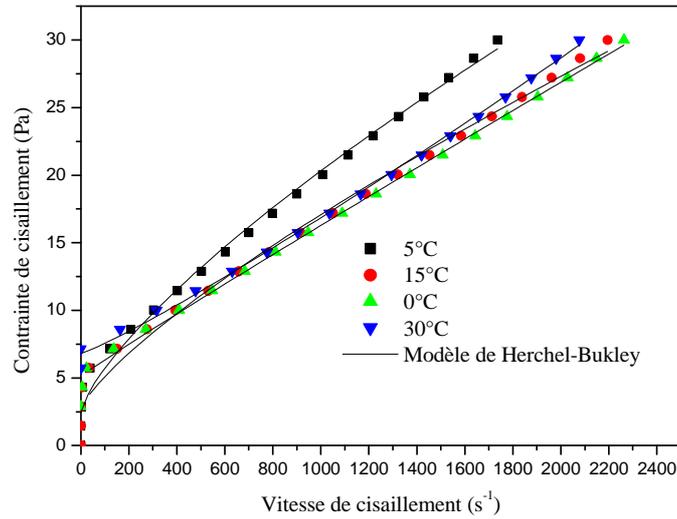
#### III. 6.1. Effet de la température sur l'écoulement de la vase

L'effet de la température sur les propriétés d'écoulement de la vase a été étudié dans la plage de la température de  $5^\circ\text{C}$  à  $30^\circ\text{C}$ , pour deux concentrations massiques de  $40\%$  et  $45\%$  . Nous avons adopté le protocole le suivant :

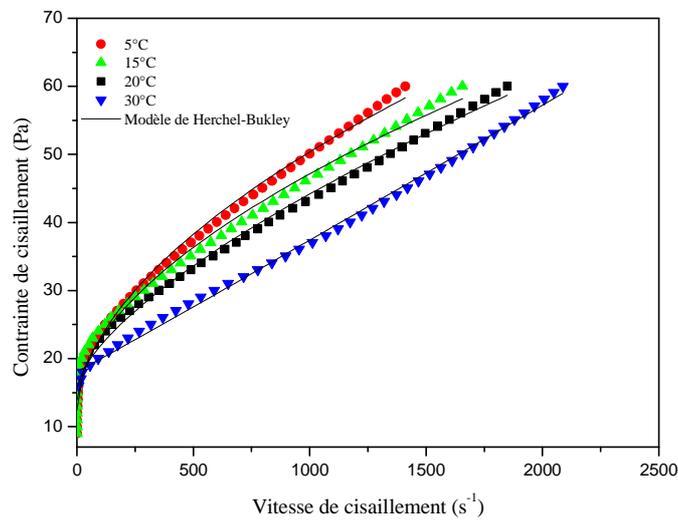
- Pré-cisaillement à une vitesse de  $25\text{ s}^{-1}$ , pendant  $60\text{ s}$  ;
- Repos sous la géométrie de mesure pendant  $600\text{ s}$  pour atteindre l'équilibre thermique;
- Rampe croissante de contrainte de  $1\text{ Pa}$  à  $30\text{ Pa}$  pendant  $600\text{ s}$ .

Les figures III.30 et III.31 montrent l'évolution des courbes d'écoulement en fonction de la température qui ont été analysé avec le modèle de Herchel-Bukley. La

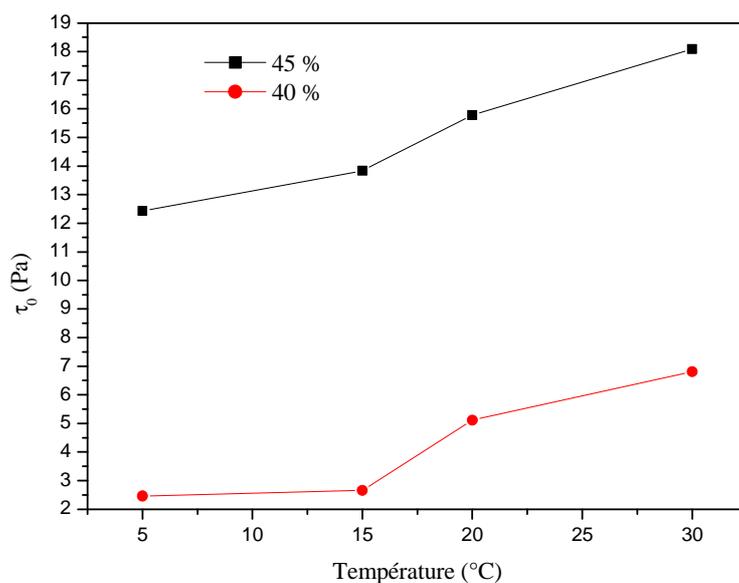
figure III.32 montre l'évolution de seuil d'écoulement en fonction de la température d'après la figure on remarque une augmentation de seuil d'écoulement avec la température, sur la figure III.33 on remarque une fort diminution de la viscosité plastique ou l'indice de consistance (K), et une augmentation de l'indice d'écoulement (n).



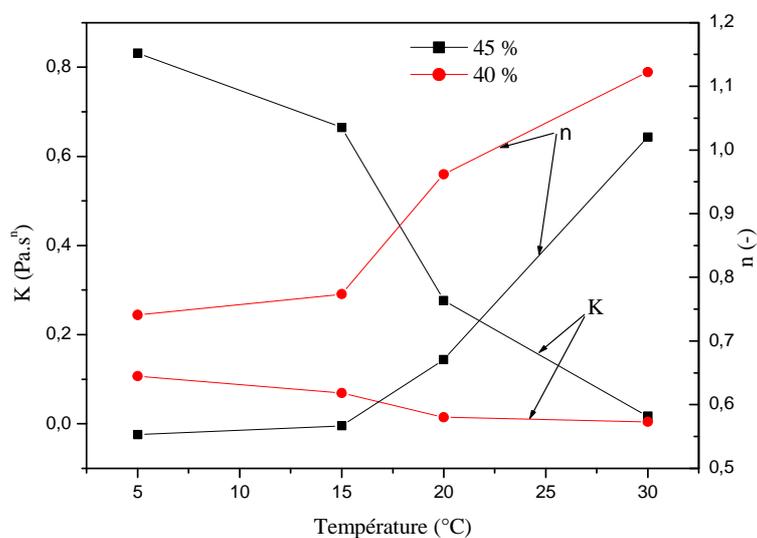
**Figure III.30 : Courbe d'écoulement de la vase pour différentes températures ( $C_m=40\%$ ).**



**Figure III.31 : Courbe d'écoulement de la vase pour différentes températures ( $C_m=45\%$ ).**



**Figure III.32 : Evolution du seuil d'écoulement de la vase ( $C_m=40\%$  et  $45\%$ ) en fonction de la température.**



**Figure III.33 : Evolution d'indice de consistance et de l'indice d'écoulement de la vase ( $C_m= 40\%$  et  $45\%$ ) en fonction de la température.**

### III. 6.2. Evolution de la viscosité limite en fonction de la température

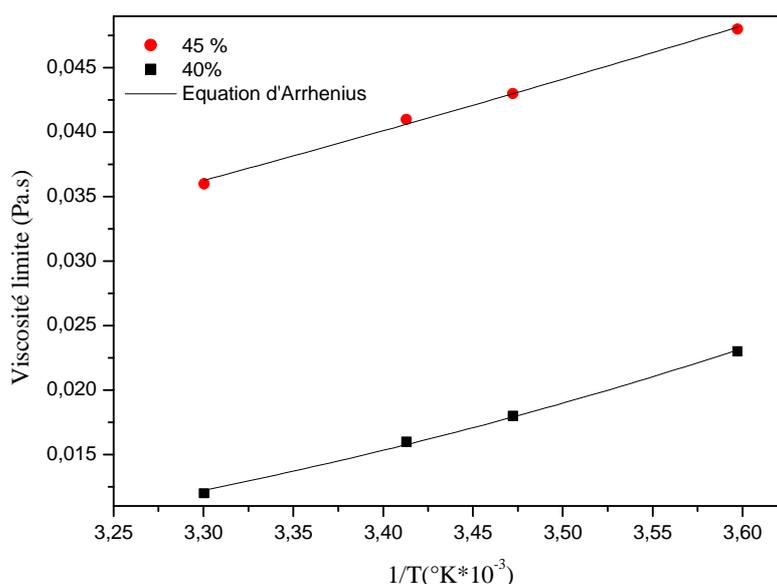
La figure III.34 montre une diminution de la viscosité limite de la vase de 0,048 à 0,036 Pa.s pour une concentration massique de 45% ; et de 0,023 à 0,021 Pa.s

pour une concentration massique de 40%, avec l'augmentation de la température de 5°C à 30°C.

L'équation d'Arrhenius (Eq.III.11) a été utilisée afin de lisser l'évolution de la viscosité limite en fonction de la température.

$$\eta_{lim} = A \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (III.11)$$

avec :  $E_a$  l'énergie d'activation (J.mol);  $T$  la température absolue (K),  $R$  la constante universelle des gaz (J.mol<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) et  $A$  une constante.



**Figure 3.34 : Variation de la viscosité limite en fonction de 1/T (C<sub>m</sub>= de 40% et 45 %).**

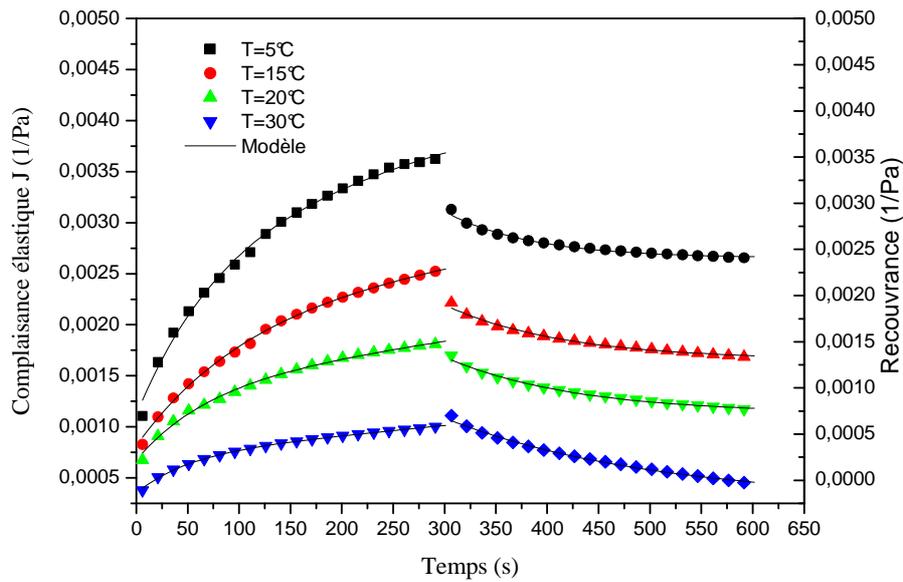
L'énergie d'activation est un élément essentiel pour le mouvement des molécules de la vase. Le tableau III.6 donne les valeurs de constante  $A$  et l'énergie d'activation pour les deux concentrations massiques en vase étudiées. On observe une énergie d'activation plus faible pour la concentration la plus élevée en cohérence avec un mouvement ralenti des particules de vase et une augmentation de la contrainte seuil observée précédemment.

**Tableau III.6 : Valeurs des paramètres d'équation d'Arrhenius.**

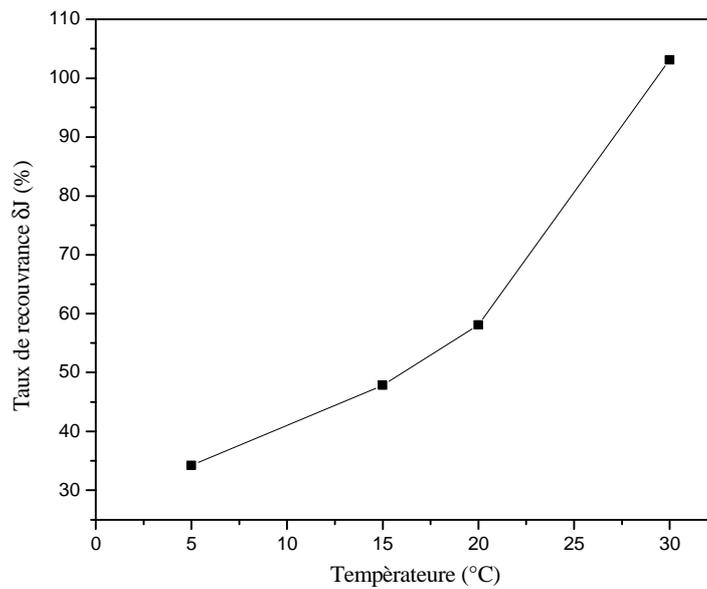
Concentration massique (%)	A (-)	E <sub>a</sub> (J/mol)	r <sup>2</sup>
40	27,31±0,32	207,16±0,45	0,998
45	1,12±0,23	92,21±0,67	0,996

### III. 6.3. Effet de la température sur la déformation de la vase (essais de fluage)

Cette étude a été effectuée sur une concentration massique de 45% en vase avec le protocole suivant : après un pré-cisaillement à  $25 \text{ s}^{-1}$ , pendant 60s suivant d'un repos de 600s pour atteindre l'équilibre thermique, on appliquant un palier de contrainte constante de 2 Pa, dans le domaine de viscoélasticité linéaire, pendant un temps  $t=300$  secondes tout en enregistrant l'évolution au cours du temps la complaisance élastique durant la phase de fluage pendant une durée de 300s. A  $t=300$ s contrainte est ramenée instantanément à zéro et on mesure la complaisance élastique durant la phase de recouvrance pendant une durée de 300s (voir figure III.35). On remarque sur la courbe de fluage pour les températures de  $5^{\circ}\text{C}$ ,  $15^{\circ}\text{C}$ ,  $20^{\circ}\text{C}$  et  $30^{\circ}\text{C}$  la vase du barrage de Fergoug comporte comme un fluide viscoélastique, par contre pour une température de  $30^{\circ}\text{C}$  la vase du barrage de Fergoug comporte comme solide. Pour quantifier l'effet de la température sur le comportement viscoélastique de la vase de barrage en fonction de la température, nous avons calculé le taux de recouvrance par la vase après l'annulation de la contrainte (Equation III.10). La figure 3.36 représente l'évolution du taux de recouvrance de la vase en fonction de la température. On observe une augmentation de  $\Delta J$  en fonction de la température indiquant le passage du régime viscoélastique liquide à un régime viscoélastique solide. Ceci confirme les résultats obtenus en écoulement.

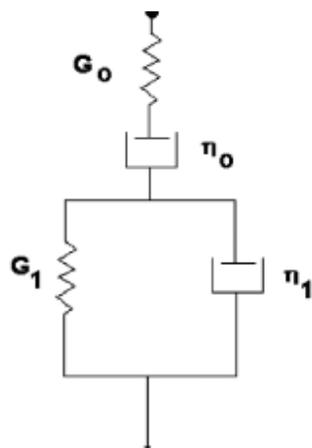


**Figure III.35 : Essais de fluage réalisés à différentes températures pour une concentration massique de 45% en vase à contrainte constante de 2 Pa.**



**Figure III.36: Variation du taux de recouvrance en fonction de la température (concentration massique 45 %).**

Pour modéliser la viscoélasticité des suspensions de vase, ont appliqué le modèle de Burgers (Gabriel et Kolapo, 2001). A quatre paramètres, ce modèle consiste à placer en série un modèle de Maxwell et un modèle de Kelvin (voir Figure III.37)



**Figure III.37 : Modèle de Burgers à 4 paramétrée associant.**

La complaisance élastique comme une fonction du temps selon le modèle de Burger est donne par l'équation (III.12) :

$$J = \frac{1}{G_0} + \frac{1}{G_1} \left(1 - \exp\left(-\frac{G_1 t}{\eta_{1J}}\right)\right) + \frac{t}{\eta_0} \quad (\text{III.12})$$

Avec :  $G_0$  est le module d'élasticité instantanée de Maxwell en Pa,  $G_1$  est le module élastique de Kelvin- Voigt qui représente le retard élastique de la complaisance totale en Pa,  $\eta_{0J}$  et  $\eta_{1J}$  des viscosités en Pa.s. Le tableau III.7, résume les valeurs de  $G_0$ ,  $G_1$ ,  $\eta_{0J}$  et  $\eta_{1J}$  en fonction de la température.

**Tableau III.7 : Paramètres de fluage du modèle de Burger.**

Température (°C)	$G_0$ (Pa)	$G_1$ (Pa)	$\eta_{0J}$ (Pa.s)	$\eta_{1J}$ (Pa.s)	$r^2$
5	896,91 ±0,22	515,58±0,38	44387,06 ±0,17	437238,88±0,9	0,998
15	1227,39±0,19	732,01 ±0,67	79342,48 ±0,19	667512,35±0,1	0,998
20	1485,32±0,31	1356,81 ±0,7	94802,59 ±0,51	684991,1±0,81	0,996
30	2841,49±0,32	2695,72±0,4	136615,5 ±0,3	1030719,6 ±0,2	0,999

La recouvrance s'exprime par :

$$J_r = J_\infty + J_{KV} \exp(-Bt^C) \quad (\text{III.13})$$

Avec :

$J_{KV}$  : Elément de Kelvin-Voigt et  $J_\infty$  : Elément de Maxwell. Pour notre cas  $C=1$

Le tableau III.8 résume les valeurs des paramètres de l'équation III.13

**Tableau III.8 : Paramètres de recouvrance du modèle de Burger.**

Température (°C)	$J_\infty$	$J_{KV}$	$B$	$r^2$
5	$0,00241 \pm 5 \times 10^{-6}$	$0,0169 \pm 0,0002$	$0,0117 \pm 0,0004$	0,988
15	$0,0013 \pm 8 \times 10^{-6}$	$0,0078 \pm 0,0008$	$0,0085 \pm 0,0003$	0,992
20	$0,0007 \pm 8 \times 10^{-6}$	$0,0065 \pm 0,0005$	$0,0078 \pm 0,0002$	0,994
30	$0,0002 \pm 0,00001$	$0,0039 \pm 0,0002$	$0,0049 \pm 0,0002$	0,996

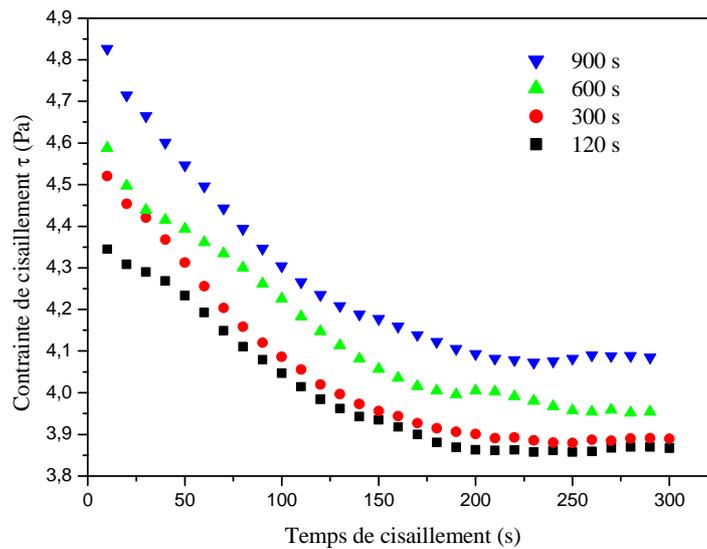
### III. 7. Etude de comportement thixotropique de la vase

#### III.7.1.1. Effet du temps repos sous la géométrie de mesure sur la restructurations de la vase

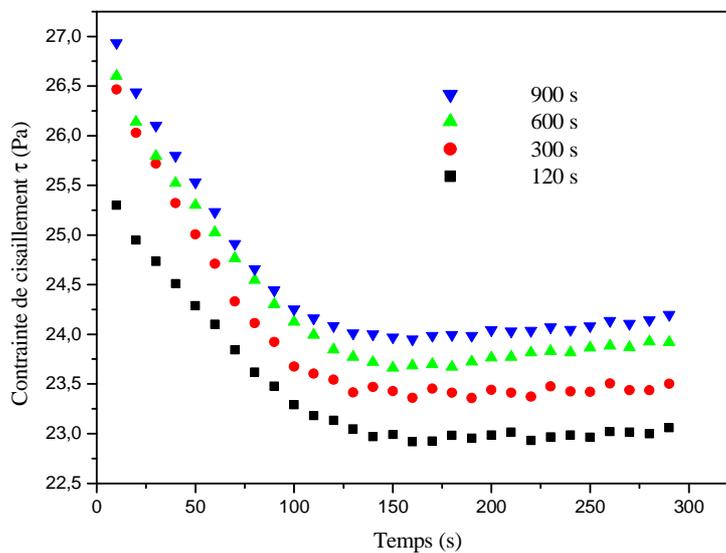
Des essais préliminaires ont été effectuées on appliquant un cisaillement de valeur variable selon la concentration, des temps de repos variables et ont conduit à des résultats de déstructuration de la vase et restructuration au repos comme recherché le protocole fixé est le suivant :

- Un temps de repos variable (120s, 300s, 600s et 900s) après mise en place de l'échantillon sous la géométrie ;
- Application d'une vitesse constante ;
- Changement de prélèvement pour chaque temps de repos.

Les figures III.38 et III.39 montrent l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement pour différents temps de repos.



**Figure III.38: Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement sous une vitesse de cisaillement constante de  $15 \text{ s}^{-1}$  sans pré-cisaillement préalable pour différents temps repos après la mise place de l'échantillon dans la géométrie de mesure ( $C_m=38\%$ ).**

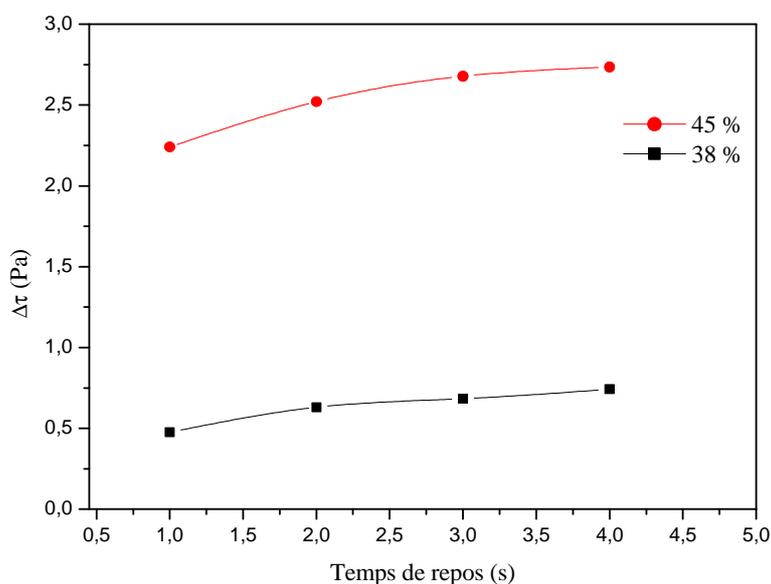


**Figure III.39: Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement sous une vitesse de cisaillement constante de  $30 \text{ s}^{-1}$  sans pré-cisaillement préalable pour différents temps repos après la mise place de l'échantillon dans la géométrie de mesure ( $C_m=45\%$ ).**

Sur les figures III.38 et III.39 on observe une diminution rapide de la contrainte à partir d'une valeur maximale  $\tau_{\max}$  vers une valeur constante  $\tau_{\text{éq}}$ . La

diminution lente de la contrainte est due à déstructuration progressive de la vase qui se stabilise à long terme (régime permanent). On constate aussi une augmentation de la contrainte initiale lorsque le temps de repos augmente, ce qui confirme la restructuration de la vase.

La figure III.40 montre l'évolution de  $(\Delta\tau = \tau_{max} - \tau_{eq})$  en fonction du temps de repos pour les deux concentrations massique de la vase (Barnes, 1997 ; Roussel, 2006). On constate une augmentation de  $\Delta\tau$  avec l'augmentation du temps de repos, et la vase en état de restructuration avec le temps de repos. Finalement on conclu que le protocole de déstructuration sous une vitesse de cisaillement constante décrit correctement le comportement thixotropique de la vase du barrage de Fregoug.

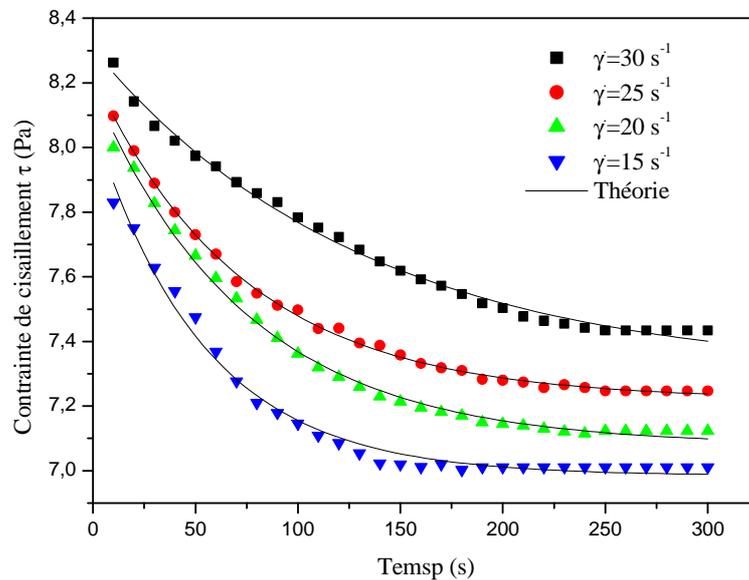


**Figure III.40: Variation de  $\Delta\tau$  en fonction du temps de repos mise place de l'échantillon dans la géométrie de mesure sous une vitesse cisaillement constante  $25s^{-1}$  et  $30s^{-1}$ , ( $C_m= 38\%$  et  $45\%$ ).**

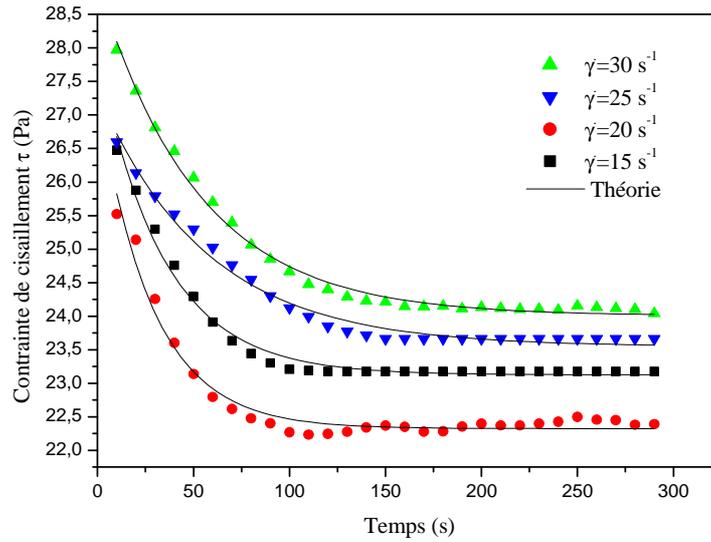
### III.7.2. Effet de la vitesse de cisaillement sur la restructuration de la vase

L'effet de la vitesse de cisaillement sur le comportement thixotropique de la vase a été effectué sur deux concentration massique 40% et 45%. Avant chaque test l'échantillon est laissé au repos, sous la géométrie de mesure pendant 600 s, après le temps de repos, l'échantillon est cisailé pendant 300 s à différentes valeurs de vitesse de cisaillement constante ( $15 s^{-1}$ ,  $20 s^{-1}$ ,  $25 s^{-1}$  et  $30 s^{-1}$ ).

Les Figures III.41 et III.42 montrent l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement pour des vitesses de cisaillement entre de  $15 \text{ s}^{-1}$  à  $30 \text{ s}^{-1}$ . Pour toutes les vitesses de cisaillement et les deux concentrations massique de la vase (40% et 45%), on remarque une diminution sensible de la contrainte de cisaillement avec le temps, en particulier dans les phases initiales de cisaillement et commence à se stabilise et s'approche vers une valeur d'équilibre après 250 s de cisaillement sauf pour une vitesse de cisaillement de  $15 \text{ s}^{-1}$  se stabilise après 200 s de cisaillement pour une concentration de 40%. Pour une concentration massique de 45% en vase la contrainte de cisaillement s'approche vers une valeur d'équilibre après 160 s de cisaillement.



**Figure III.41 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement pour des vitesses de cisaillement entre  $15 \text{ s}^{-1}$  et  $30 \text{ s}^{-1}$  ( $C_m = 40 \%$ ).**



**Figure III.42 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement pour des taux de cisaillement entre  $15 \text{ s}^{-1}$  et  $30 \text{ s}^{-1}$  ( $C_m = 45 \%$ ).**

### III.7.3. Modélisation du comportement structurel de la vase

Pour modéliser le comportement structurel de la vase, nous avons appliqué le modèle phénoménologique de Tiu et Boger, 1974, basé sur une approche proposée initialement par Moore, 1959 et améliorée par Cheng et Evans, 1965. Le modèle de Tiu peut être présenté comme étant l'équation de Herschel-Bulkley modifiée pour tenir compte du changement de la structure à travers le paramètre structurel ( $\lambda$ ) :

$$\tau(t) = \lambda(\tau_{y0} + K_1 \dot{\gamma}^{n_1}) \quad (\text{III.15})$$

où les paramètres  $\tau_{y0}$ ,  $K_1$  et  $n_1$  sont évalués à partir des données expérimentales. Le paramètre structurel varie entre une valeur initiale  $\lambda=1$ , au début du cisaillement où le matériau est complètement structuré jusqu'à une valeur d'équilibre  $\lambda_e < 1$  où le matériau est complètement déstructuré. Le choix de ce modèle a été motivé par les essais en écoulement qui décrivent l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement et du temps d'agitation par le modèle de Herschel-Bulkley. Tiu a utilisé une équation de la cinétique de second ordre:

$$\frac{d\lambda}{dt} = -k_2(\lambda - \lambda_e)^2 \text{ Pour } \lambda > \lambda_e \quad (\text{III.16})$$

où  $k_2$  est une fonction de la vitesse de cisaillement que l'on peut déterminer expérimentalement.  $k_2$  est considérée comme une mesure du taux de déstructuration, c'est à dire du degré de thixotropie du fluide. Les constantes rhéologiques de

l'équation (III.15)  $\tau_{y0}$ ,  $K_1$  et  $n_1$  sont déterminées par les conditions de cisaillement initiales où  $\lambda = 1$  et  $t=0$ .

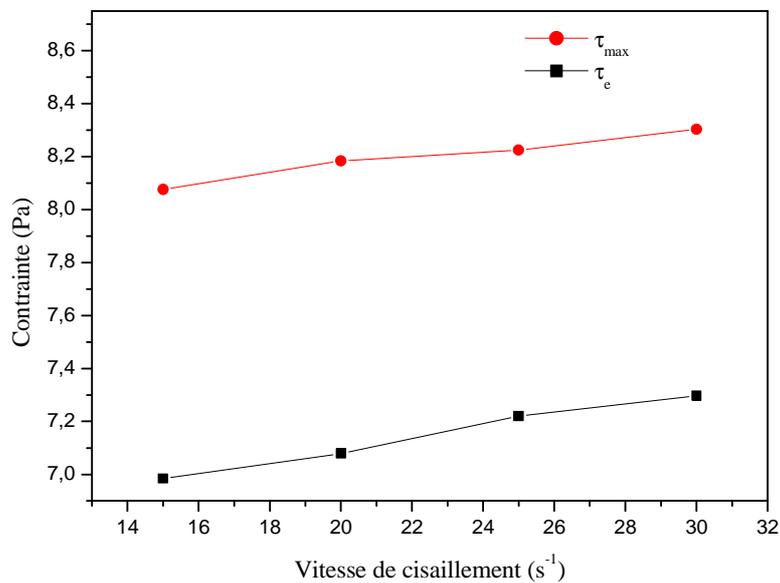
Pour déterminer la contrainte d'équilibre (viscosité d'équilibre) nous avons lissé les courbes des figures III.40 et III.41 par l'équation (III.17) (Lapasin et al.,1983) :

$$\tau = \tau_e + (\tau_{max} - \tau_e) \cdot \exp(-\beta t) \quad (III.17)$$

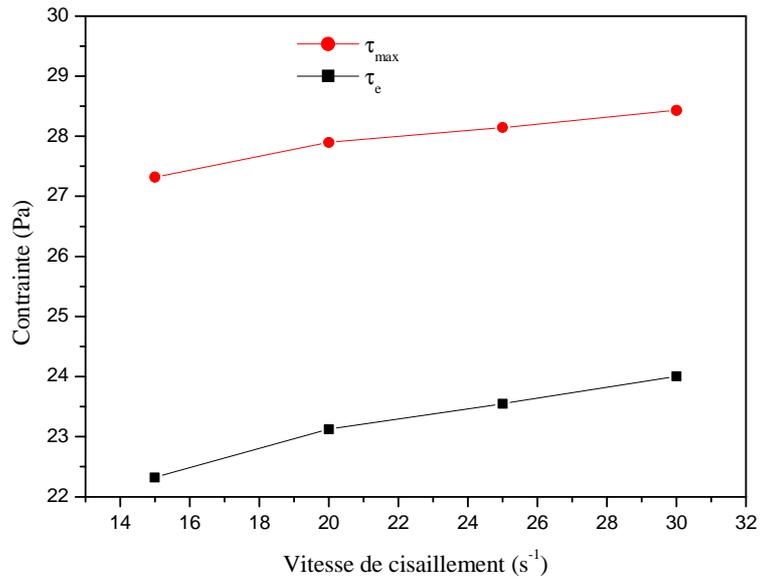
avec  $\tau_{max}$  la contrainte de cisaillement maximale à  $t=0$  nécessaire pour initier l'écoulement à la valeur d'équilibre pour différentes vitesse de cisaillement en Pa ;  $\tau_e$  la contrainte d'équilibre à  $t \rightarrow \infty$  en Pa et  $\beta$  Constante du temps en  $s^{-1}$

Les figures III.43 et III.44 montrent l'évolution de la contrainte initiale et d'équilibre en fonction de la vitesse de cisaillement pour  $C_m=40\%$  et  $45\%$ . On observe sur les figures une augmentation des contraintes en fonction de la vitesse de cisaillement.

Le tableau III.9 montre une diminution de la viscosité initiale et d'équilibre en fonction de la vitesse de cisaillement.



**Figure III.43 : Evolution de la contrainte maximale et d'équilibre en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m= 40\%$  ).**



**Figure III.44 : Evolution de la contrainte maximale et d'équilibre en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m=45\%$ ).**

**Tableau III.9 : valeurs des viscosités initiale, d'équilibre et  $\lambda_e$**

Concentration (%)	$\dot{\gamma}$ ( $s^{-1}$ )	$\eta_0$ (Pa.s)	$\eta_e$ (Pa.s)	$\lambda_e = \frac{\eta_e}{\eta_0}$ (-)
40	15	0,538	0,454	0,843
	20	0,409	0,353	0,863
	25	0,328	0,288	0,878
	30	0,276	0,243	0,880
45	15	1,821	1,488	0,817
	20	1,156	1,394	0,828
	25	1,125	0,941	0,836
	30	0,947	0,8	0,844

Les paramètres de structure  $\lambda$  et  $\lambda_e$  sont écrits en termes de viscosité apparente  $\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$  pour obtenir la valeur de  $k_1$ . L'association de l'équation (III.15) avec l'expression de la viscosité apparente permet de déduire l'expression de  $\lambda$  :

$$\lambda = \frac{\eta \dot{\gamma}}{\tau_{y0} + K_1 \dot{\gamma}^{n_1}} \quad (\text{III.18})$$

L'équation (III.18) est valide pour toutes les valeurs de  $\lambda$ . La combinaison de la différentiation de l'équation (III.16), par rapport au temps pour une vitesse de cisaillement constante, avec l'équation (III.18) permet d'écrire :

$$\frac{d\eta}{dt'} = -a_1(\eta - \eta_e)^2 \quad (\text{III.19})$$

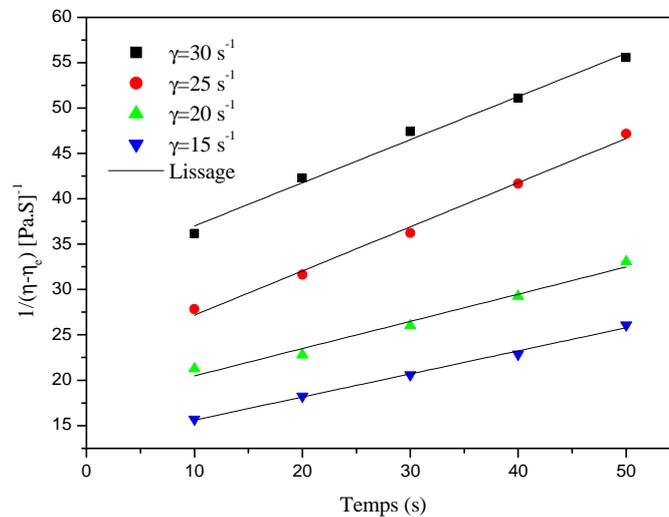
Avec:

$$a_1 = \frac{k_2 \dot{\gamma}}{\tau_{y0} + K_1 \dot{\gamma}^{n_1}} \quad (\text{III.20})$$

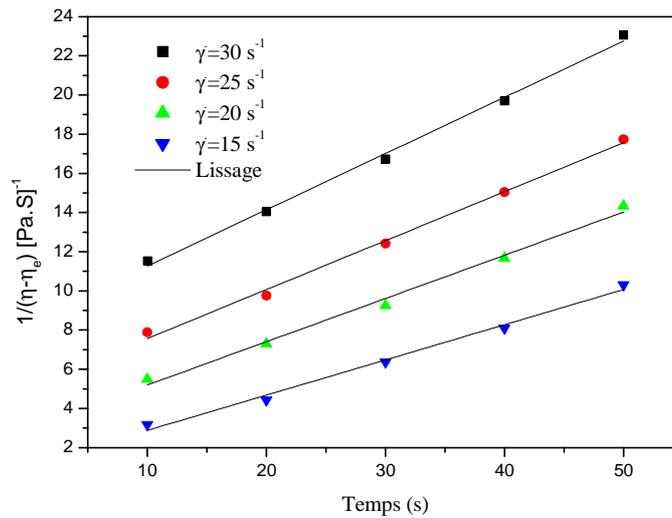
L'intégration de l'équation (III.19) entre  $\eta = \eta_0$  à  $t = 0$  et  $\eta = \eta$  à  $t = t'$  à une vitesse de cisaillement constante donne :

$$\frac{1}{\eta - \eta_e} = \frac{1}{\eta_0 - \eta_e} + a_1 t' \quad (\text{III.21})$$

L'équation (III.21) a été utilisée pour analyser la partie linéaire du graphe  $\frac{1}{\eta - \eta_e}$  à  $t'$  pour différentes vitesses de cisaillement appliquée. Les figures III.45 et III.46 présentes cette partie linéaire des courbes des suspensions de vase de 40 % et 45% dont la pente est égale à  $a_1$ . Le résultat de la représentation  $\frac{1}{\eta - \eta_e}$  à  $t'$  est alors utilisé pour définir la relation entre  $a_1$  et  $\dot{\gamma}$  et par conséquent la relation entre  $K_2$  et  $\dot{\gamma}$ .



**Figure III.45 : Partie linéaire de la courbe  $\frac{1}{\eta - \eta_e}$  en fonction du temps de cisaillement  $t'$ , pour différentes vitesses de cisaillement appliquées ( $C_m=40\%$ ).**



**Figure III.46 : Partie linéaire de la courbe  $\frac{1}{\eta-\eta_e}$  en fonction du temps de cisaillement  $t'$ , pour différentes vitesses de cisaillement appliquées ( $C_m=45\%$ ).**

Les figure III.47 et III.48 respectivement l'évolution des paramètres  $a_1$  et  $K_2$  en fonction de la vitesse de cisaillement pour les deux concentrations massique de la vase ( $C_m=40\%$  et  $45\%$ ). Les deux paramètres  $a_1$  et  $K_2$  peuvent être corrélés par une loi de puissance suivant les expressions (Butler et McNulty, 1995; Donnell et Butler, 2002):

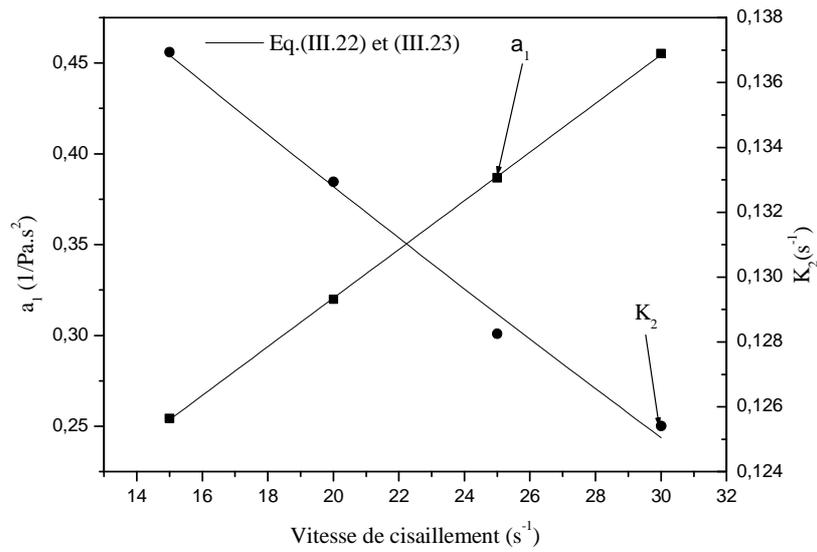
$$a_1 = \alpha_1 \dot{\gamma}^{\beta_1} \quad (\text{III.22})$$

$$k_2 = \alpha_2 \dot{\gamma}^{-\beta_2} \quad (\text{III.23})$$

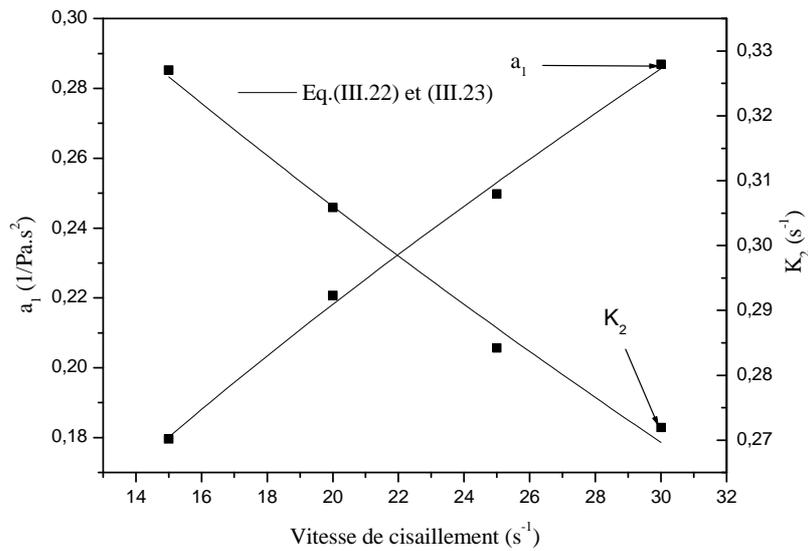
Le tableau III.10 donne les valeurs de  $\alpha_1, \alpha_2, \beta_1$  et  $\beta_2$  du modèle Tiu et Boger.

**Tableau III.10 : Valeurs des paramètres  $\alpha_1, \alpha_2, \beta_1$  et  $\beta_2$  du modèle Tiu et Boger.**

Concentration (%)	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\beta_1$	$\beta_2$	$r^2$
40	0,0527±0,002	0,149±0,001	0.0134±0	0.0060±0.0003	0,999
45	0,0297±0.002	0,394±0,007	0.665±0.027	0,0126±0,0008	0,996



**Figure III.47 : Evolution des paramètres  $a_1$  et  $K_2$  en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m= 40\%$ ).**

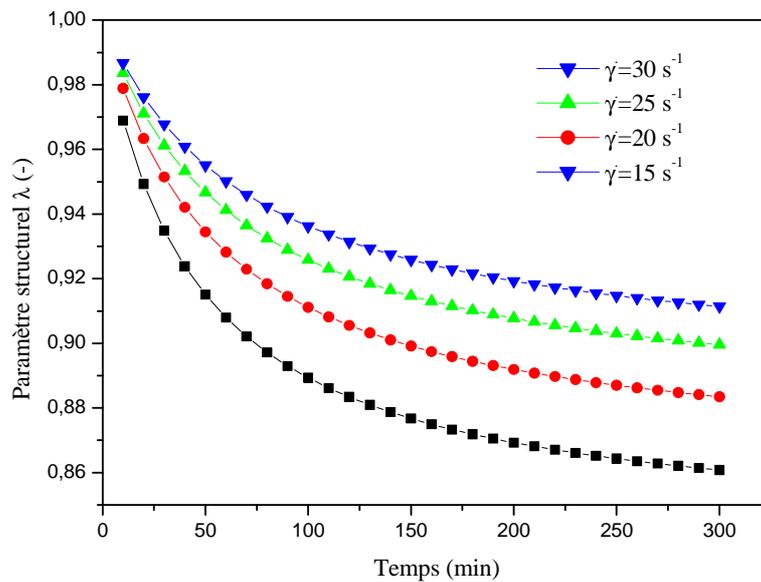


**Figure III.48 : Evolution des paramètres  $a_1$  et  $K_2$  en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m= 45\%$ ).**

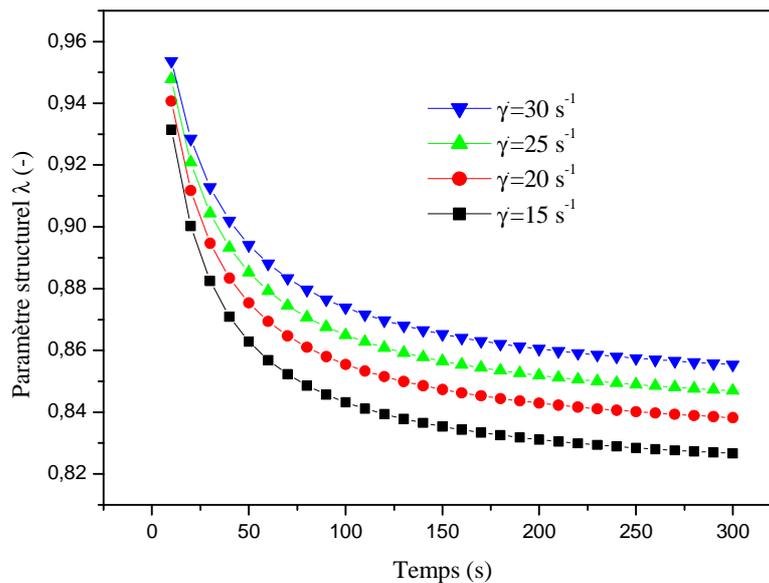
L'intégration de l'équation (III.16) entre  $\lambda = 1$  à  $t = 0$  et  $\lambda = \lambda_e$  à  $t = \infty$  à une vitesse de cisaillement constante donne :

$$\lambda = \lambda_e + \frac{1}{\frac{1}{(1-\lambda_e)} + K_2 t} \quad (III.24)$$

Les figures III.49 et III.50 montrent l'évolution du paramètre structurel ( $\lambda$ ) en fonction du temps de cisaillement pour différentes vitesses de cisaillement pour  $C_m=40\%$  et  $45\%$ . On observe sur les figures pour les deux concentrations massique (40% et 45%) et pour toutes les vitesses de cisaillement une diminution sensible du paramètre structurel avec le temps, en particulier dans les phases initiales de cisaillement et commence à se stabiliser et s'approche vers une valeur d'équilibre. La décroissance du paramètre structurel ( $\lambda$ ) en fonction du temps de cisaillement pour une vitesse de cisaillement donnée confirme la déstructuration de la vase.



**Figure III.49 : Evolution du paramètre structurel ( $\lambda$ ) en fonction du temps de cisaillement pour différentes vitesses de cisaillement ( $C_m=40\%$ ).**



**Figure III.50 : Evolution du paramètre structurel ( $\lambda$ ) en fonction du temps de cisaillement pour différentes vitesses de cisaillement ( $C_m = 45\%$ ).**

### III.8. Etude de la capacité de reprise de la structure

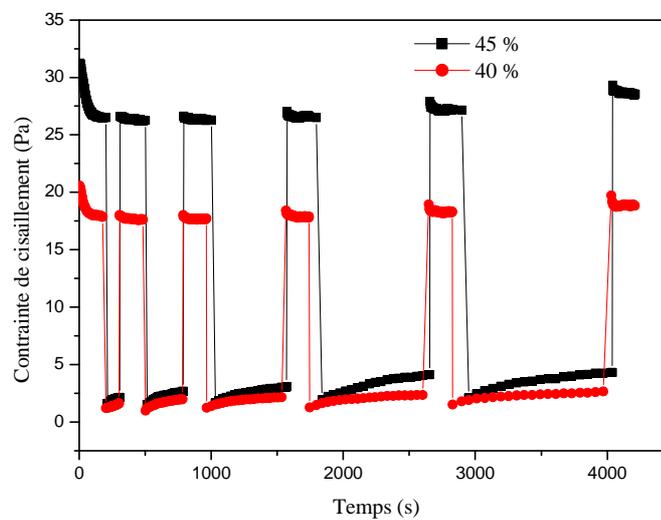
Une méthode est basée sur le couplage entre mesure en cisaillement et oscillation à faible déformation pour être proche à l'état stationnaire du système et mieux caractériser de reprise de la thixotropie.

La méthodologie destinée à l'étude de la reprise de structure se compose des phases suivantes :

- Phase 1 : un repos sous la géométrie pendant 120 s ;
- Phase 2 : cisaillement à une vitesse de  $25 \text{ s}^{-1}$  pendant 180 s
- Phase 3 : oscillation à déformation imposée de 0,1 avec une fréquence de 1 Hz cette phase va durer 120 s ;
- Phase 4 : cisaillement à une vitesse de  $25 \text{ s}^{-1}$  pendant 180 s ;
- Phase 5 : oscillation à déformation imposée de 0,1 avec une fréquence de 1 Hz cette phase va durer 300 s ;
- Phase 6 : cisaillement à une vitesse de  $25 \text{ s}^{-1}$  pendant 180 s ;
- Phase 7 : oscillation à déformation imposée de 0,1 avec une fréquence de 1 Hz cette phase va durer 600 s ;
- Phase 8 : cisaillement à une vitesse de  $25 \text{ s}^{-1}$  pendant 180 min ;
- Phase 9 : oscillation à déformation imposée de 0,1 avec une fréquence de 1 Hz cette phase va durer 900 s ;

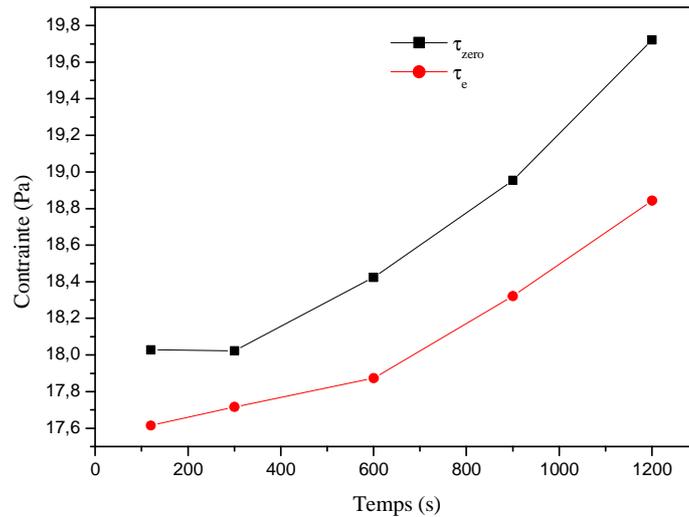
- Phase 10 : cisaillement à une vitesse de  $25\text{s}^{-1}$  pendant 180 s ;
- Phase 11 : oscillation à une déformation imposée de 0,1 avec une fréquence de 1 Hz cette phase va durer 1200 s ;
- Phase 12 : cisaillement à une vitesse de  $25\text{s}^{-1}$  pendant 180s.

La figure III.51 montre l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps pour deux concentrations massique de la vase ( $C_m=40\%$  et  $45\%$ ). On remarque sur la figure une augmentation de la contrainte de cisaillement avec le temps de repos (temps d'application de la déformation).

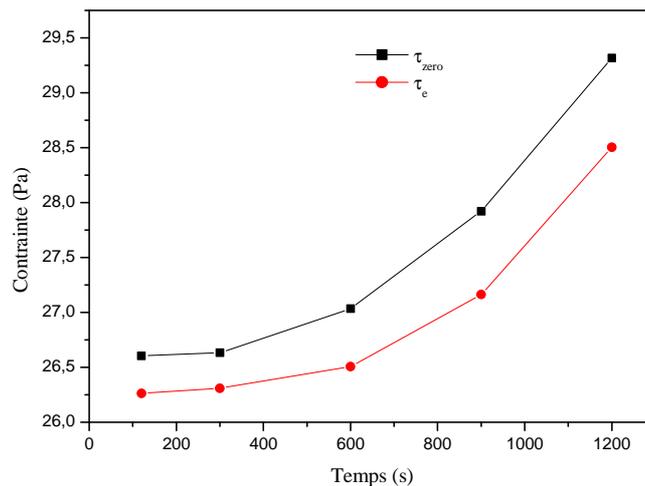


**Figure III.51 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps pour une vitesse de cisaillement de  $25\text{ s}^{-1}$  et une déformation de 0,1 avec une fréquence de 1 Hz ( $C_m= 40\%$  et  $45\%$ ).**

Les figures III.52 et III.53 montrant la variation des contraintes initiale et d'équilibre en fonction du temps de cisaillement. On observe une augmentation de la contrainte initiale et d'équilibre en fonction du temps d'application de la déformation, ce signifie que la vase en état de restructuration avec le temps d'application de la déformation.



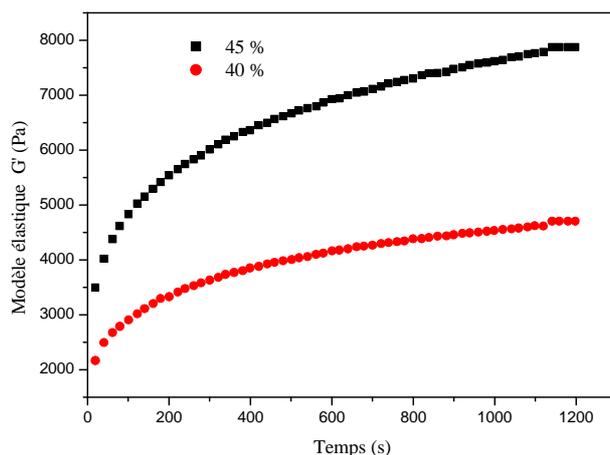
**Figure III.52 : Evolution de la contrainte initiale et d'équilibre en fonction du temps d'application de la déformation ( $C_m=40\%$ ).**



**Figure III.53 : Evolution de la contrainte initiale et d'équilibre en fonction du temps d'application de la déformation ( $C_m=45\%$ ).**

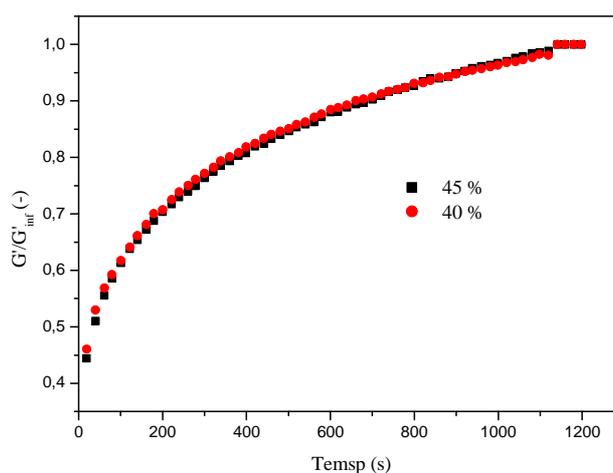
### III.9. Détermination du temps de restructuration de la vase

Pour déterminer le temps de restructuration de la vase on appliqué le protocole suivant après un pré-cisaillement à  $25 \text{ s}^{-1}$  pendant 60 s, suivant d'un repos de 600 s, on a appliqué sur la vase une contrainte de 2 Pa pour rester dans le domaine de viscoélasticité linéaire (une contrainte inférieure au seuil d'écoulement) pendant 1200 s. La figure III.54 montre la variation du module élastique  $G'$  en fonction du temps.



**Figure III.54 : Evolution du module élastique de la vase en fonction du temps pour une contrainte appliquée de 2 Pa ( $C_m=40\%$  et  $45\%$ ) et une fréquence de 1 Hz.**

Sur la figure III.54 on remarque que  $G'$  évolue rapidement aux premiers instants et tend plus progressivement par la suite vers un plateau  $G'_{inf}$ , utilisé dans la figure III.55 pour normaliser la valeur de  $G'$  (Cartalos et al., 1997 ; Nachbaur et al., 2001), l'évolution de  $G'$  devient de plus en plus lente quand la concentration augmente. Des temps de restructuration de l'ordre de 1000 s caractérisent le comportement de la vase. On remarque sur la figure III.55 que les courbes sont superposées donc que le module élastique dépend des temps caractéristiques de la rupture et de la reformation des liens mais ne dépend pas de la concentration solide.



**Figure III.55 : Rapport  $G'/G'_{inf}$  en fonction du temps pour une contrainte appliquée de 2 Pa ( $C_m= 40\%$  et  $45\%$ ) et une fréquence de 1 Hz.**

### III.10. Conclusion

La connaissance des propriétés rhéologiques des vases de barrage jouent un rôle fondamental sur les écoulements et les performances des techniques de transport comme les pertes d'énergie linéaires et singulières, zones de non écoulement, recirculation, temps de démarrage et l'opération de dévasement des barrages.

L'étude a montré une augmentation du seuil d'écoulement et de l'indice de consistance de la vase avec le temps d'agitation. Cependant l'augmentation du temps d'agitation induit une diminution de l'indice d'écoulement de la vase et donc une solidification de la vase. Par exemple si on laisse vieillir une vase suffisamment longtemps dans les barrages pour que le seuil d'écoulement soit proche à l'infinie, sa viscosité apparente est elle aussi proche de l'infinie ce peut, par la suite poser des problèmes lors de dragage des barrages.

Le modèle de Herschel-Bulkley a été choisi pour ajuster la dépendance de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement pour des concentrations massique variant entre 30 % et 49 % en particules solides. L'augmentation de la concentration massique de 30% à 49% montre une augmentation du seuil d'écoulement et de l'indice consistance et une diminution de l'indice d'écoulement.

L'évolution de la viscosité en fonction de la concentration massique de la vase est modélisée par le modèle de Krieger-Dougherty.

Une courbe de maîtresse a pu être obtenue en normalisant les courbes d'écoulement obtenues pour les différentes concentrations massiques étudiées. On peut aussi en déduire la contrainte de cisaillement de la vase du barrage de Fergoug simplement en connaissant le seuil d'écoulement initial à une concentration donnée et la viscosité dynamique de la vase.

Pour des faibles vitesses de cisaillement à la température 20°C, un comportement thixotrope est observé. Ce comportement est représenté par le modèle simple de Herschel-Bulkley modifié en introduisant un paramètre structurel ( $\lambda$ ). Des temps de restructuration de l'ordre de 1000 s caractérisent le comportement de la vase.

Pour les fortes vitesses de cisaillement un comportement anti-thixotrope est observé pendant l'opération de dévasement de barrage de Fergoug il faudra éviter le pompage des vases par des grandes vitesses afin de faciliter lors l'écoulement.

## Références bibliographiques

- Barnes H.A. Thixotropy- a review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mech* 1997, (70): 1-33.
- Baudez J.C. Rhéologie et physico-chimie des boues résiduares pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. PhD thèse 2001, Ecole Nationale du Génie Rural. Des Eaux et Forêts, Paris.
- Baudez J.C. , Ayol A., Coussot P. Practical determination of the rheological behavior of pasty biosolids. *Journal of Environmental Management* 2004, (72) : 181–188.
- Baudez J.C., Markis F., Eshtiaghi N., Slatter P. The rheological behaviour of anaerobic digested sludge. *Water research* 2011, (45): 5675-5680
- Butler F., McNulty P. Time dependent rheological characterization of buttermilk at 5°C. *Journal of food engineering* 1995, (25): 559-580.
- Cartalos U., Baylocq P., Lecourtier L., Piau J.M. Caractérisation rhéologique et modélisation structurelle des systèmes argile-polymère application aux fluides de forage. *Revue de l'institut Français du pétrole* 1997 , (52).
- Cheng D.H., Evans F. Phenomenological characterization of the rheological behaviour of inelastic reversible thixotropic and antithixotropic fluids. *Br. J. Appl.Phys* 1965, (16): 1599-1617.
- Coussot P. Structural similarity and transition from Newtonian to non-Newtonian behavior for clay-water suspensions. *Physical review letters* 1995 (74):3971-3974.
- Donnell H.J., Butler F. Time-dependent viscosity of stirred yogurt. Part I: coquette flow. *Journal of Food Engineering* 2002 (51): 249-254.
- Durán J. D. G, Ramos-Tejada M. M., Arroyo F. J., Gonzalez-Caballero F. Rheological and electrokinetic properties of sodium montmorillonite suspensions. *J. Colloid Interface Sci* 2002 (229) :107-117.
- Gabriel J. O., Kolapo P. A. Creep and recovery of EPDM elastomer using a modified sandwich rheometer. *Polymer Testing* 2001, (20) : 363–370
- Krieger IM, Dougherty T.J. Rheology of monodisperse latices, *Advan. Colloid. InterfaceSci* 1972 , (3).
- Lapasin R., Papo A., Rajgelj S. The phenomenological description of the thixotropic behaviour of fresh cement pastes. *Rheologica Acta* 1983, (22) : 410-416.

Moore F. The rheology of ceramic and slip bodies. *Trans Br Ceram. Soc* 1959 , (58):470-494.

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

Nachbaur L., Mutin J.C., Nonat A., Choplin L. Dynamic mode rheology of cement and tricalcium silicate pastes from mixing to setting. *Cement and Concrete Research* 2001, (31) : 183-192.

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

Roussel N. A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and application. *Cement and Concrete Research* 2006, (36): 1797-1806.

Tiu C., Boger D.V. Complete rheological characterisation of time dependent food products. *J. Texture Studies* 1974, (5): 329-338.

## **Chapitre IV Etude rhéologique des boues de station d'épuration**

### **IV.1. Introduction**

Les propriétés rhéologiques des boues d'épuration (résiduaire, activées) dépendent de la teneur en matière solide ( Monteiro, 1997 ; Forster, 2002), de la valeur du pH (Tixier et al., 2003), du conditionnement chimique (Pevere et al., 2009), de la granulométrie des particules (Pevere et al., 2006) et aussi de la température (Bougrier et al., 2006 ; Manoliadis et Bishop, 1984). Ces boues sont des fluides non-newtoniens avec l'existence d'un seuil d'écoulement et d'un comportement thixotropique (Baudez, 2006 ; Baudez, 2008).

Dans ce chapitre nous présentons une étude rhéologique d'une boue résiduaire et d'une boue activée d'une station d'épuration urbaine en fonction du temps d'agitation, de la concentration massique et de la température.

L'objectif principal de cette étude est d'explorer les caractéristiques rhéologiques des boues d'épuration, afin de fournir des informations utiles pour la conception adéquate des conduites et de fonctionnement des pompes dans les stations d'épuration des eaux usées ainsi que l'épandage de ces boues.

### **IV.2. Matériels et méthodes**

#### **IV.2.1. Préparation des échantillons**

##### **IV.2.1.1. Boue résiduaire**

La boue utilisée dans cette étude a été récupérée à partir des lits de séchage de la station d'épuration de Mascara en Algérie. La boue résiduaire sous forme de poudre est placée dans une étuve pendant 24 heures à 40°C pour la déshydrater, puis broyée et passée aux tamis 200 $\mu$ m, 100 $\mu$ m et 80 $\mu$ m afin de faire en tari granulométrique compatible avec les géométries Cône/Plan et Plan/Plan utilisée pour les mesures rhéologiques. Ensuite la boue sous forme de poudre est dispersée dans de l'eau distillée à différents concentrations massiques (Voir tableau IV.1). Pour assurer l'homogénéisation de la boue les dispersions obtenues sont agitées magnétiquement en continu pendant un temps minimal de 24 heures.

##### **IV.2.1.2. Boue activée**

Les boues activées ont été prélevées dans le décanteur secondaire de la station d'épuration de Mascara en Algérie (voir chapitre II).

**Tableau IV.1 : Préparation des concentrations massiques de la boue**

MS (g/l)	Masse de la boue (g)	Masse de l'eau (g)	Concentration massique $C_m = \frac{M_b}{M_t} \times 100$ (%)
200	10	50	17
250	20	80	20
300	15	50	23
333	25	75	25
400	20	50	28,5
428	30	70	30
492	33	67	33
633	38	62	38

## IV.2.2. Moyens expérimentaux

### IV.2.2.1. Rhéomètres utilisés

Les caractérisations rhéologiques des suspensions de la boue résiduaire ont été effectuées avec deux rhéomètres à couple de rotation imposé (RS 150 et MARS II, voir chapitre III).

Les mesures rhéologiques de la boue activée ont été effectuées avec un rhéomètre à couple de rotation imposé (RS 600) au laboratoire rhéologie transport et traitement des fluides complexes (université des sciences et de la technologie USTO, Oran Algérie) en géométrie cylindrique coaxiaux (ZDIN 40 d'entrefer de 8 mm).

## IV.3. Résultats et discussion

### IV.3.1. Effet du temps d'agitation sur l'écoulement de la boue résiduaire

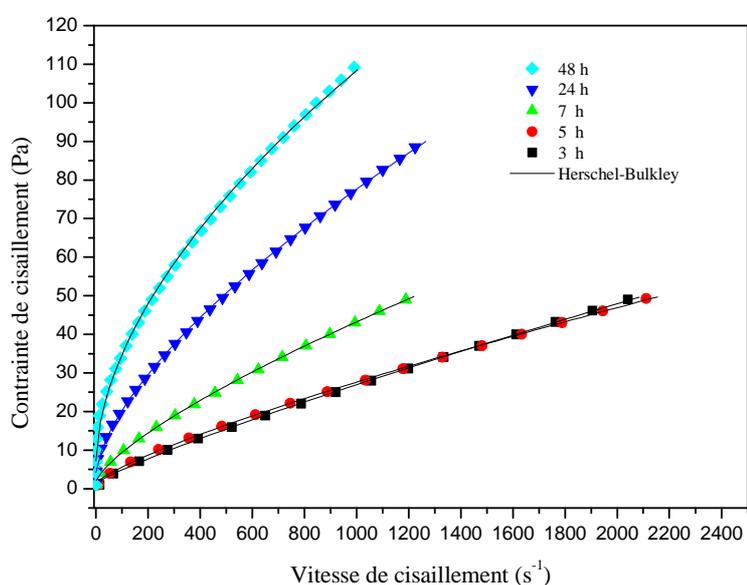
Nous avons étudié les propriétés d'écoulement de la boue résiduaire pour deux concentrations massiques ( $C_m=20\%$  et  $30\%$ ) après différents temps d'agitation (3h, 5h, 7h, 24h et 48h) lors de la dispersion de la poudre dans l'eau afin de déterminer le temps d'agitation optimal pour assurer la meilleure homogénéisation possible.

Les suspensions de boues sont connues par leur comportement fortement thixotropique (Yen et al., 2002) et évolutifs. Nous avons donc soumis chaque échantillon à un pré-cisaillement de  $760 \text{ s}^{-1}$  pendant 60 s. Par la suite l'échantillon est laissé au repos, sous la géométrie de mesure, pendant 60 s. Cette opération est répétée avant chaque test. Après le temps de repos, une rampe de contrainte montante est imposée à l'échantillon, cette rampe dépendante de la concentration massique en

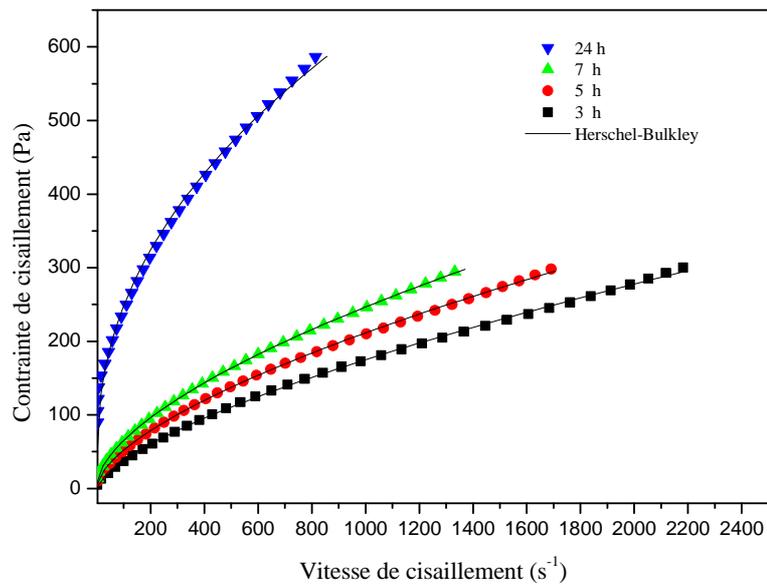
boue et du temps d'agitation. Pour cela on a déterminé le protocole expérimental suivant :

- Pour la concentration massique de 20% et pour des temps d'agitations inférieurs à 24 heures, une rampe croissante de contrainte de 1 Pa à 50 Pa est appliquée pendant 50 s
- Pour des temps d'agitations supérieurs ou est égale à 24 heures une rampe croissante de contrainte de 1 à 180 Pa est appliquée pendant 300 s.
- Pour la concentration massique de 30% et pour des temps d'agitations inférieurs à 24 heures, une rampe croissante de contrainte de 1 Pa à 300 Pa est appliquée pendant 300 s
- Pour des temps d'agitations supérieurs ou est égale à 24 heures une rampe croissante de contrainte de 1 à 600 Pa est appliquée pendant 600 s.

Les figures IV.1, et IV.2 montrent l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement et du temps d'agitation pour deux concentrations massique en boue 20% et 30%. On remarque une augmentation de la contrainte de cisaillement avec le temps d'agitation.



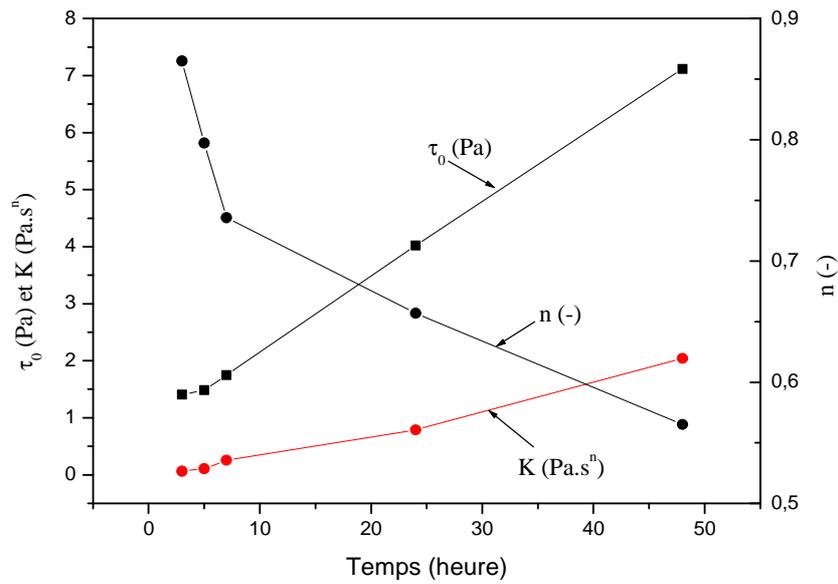
**Figure IV.1 : Courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour différents temps d'agitation ( $C_m = 20\%$ ).**



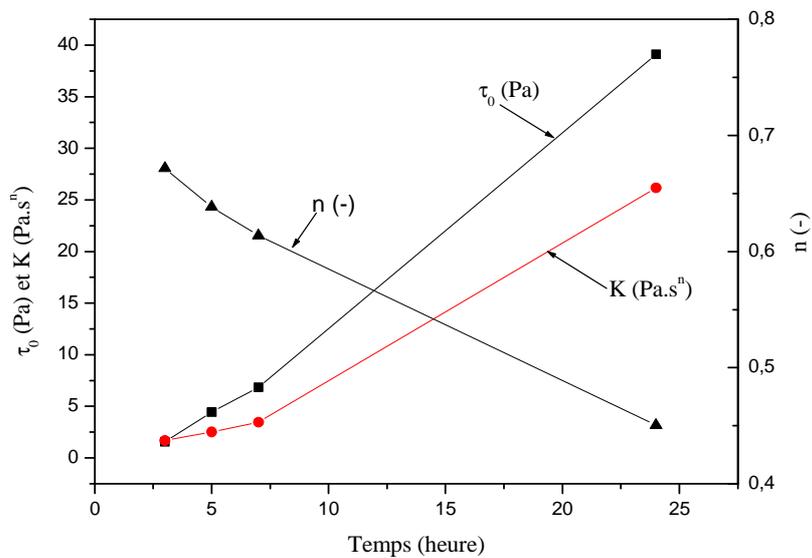
**Figure IV.2 : Courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour différents temps d'agitation ( $C_m= 30\%$ ).**

Le modèle de Herschel-Bulkley (équation III.1) décrit de manière satisfaisante l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d'agitation.

L'évolution du seuil de contrainte, indice de consistance et de l'indice d'écoulement en fonction du temps de l'agitation pour les deux concentrations massique en boue résiduaire cf (Figure IV.3, et IV.4), montre une augmentation du seuil d'écoulement et de l'indice de consistance et une diminution d'indice d'écoulement en fonction de temps d'agitation. Finalement nous avons fixé 24 heures comme un temps d'agitation minimal de la boue résiduaire.



**Figure IV.3 : Evolution des paramètres du modèle Herschel-Bulkley en fonction du temps d'agitation ( $C_m=20\%$  ).**

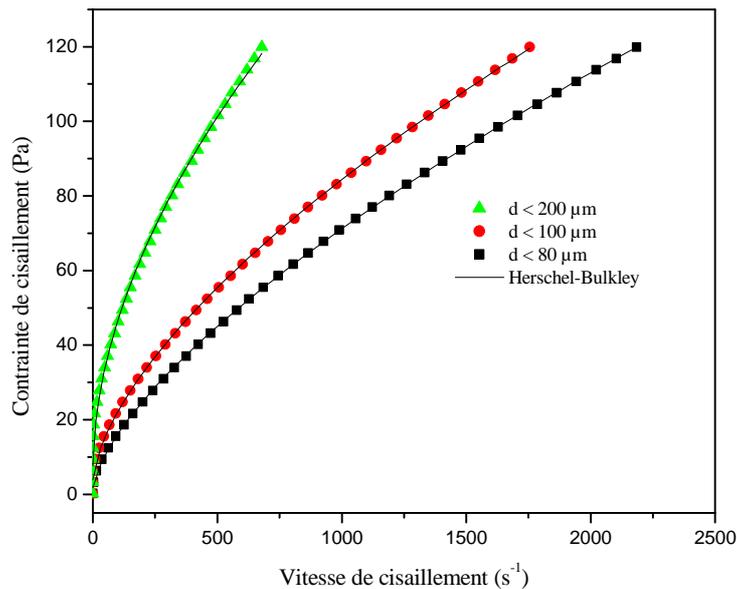


**Figure IV.4 : Evolution des paramètres du modèle Herschel-Bulkley en fonction du temps d'agitation ( $C_m=30\%$  ).**

#### IV.3.2. Effet du diamètre sur l'écoulement de la boue résiduaire

Nous avons utilisé une géométrie plan- plan pour tester l'effet de la granulométrie sur l'écoulement de la boue résiduaire. La figure IV.5 montre la courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour une concentration massique  $C_m = 20\%$ . On

constate sur la figure IV.5 une augmentation de la contrainte de cisaillement avec l'augmentation du diamètre des particules de la boue. Les modèles couramment utilisés pour décrire l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement des boues avec l'existence d'un seuil d'écoulement sont ceux de Bingham et de Herschel-Bulkley (Seyssieq et al., 2003). Pour notre cas le modèle Herschel-Bulkley (équation III.1, chapitre III) a été utilisé.



**Figure IV.5 : Courbe d'écoulement pour différents diamètres de la boue résiduaire de station d'épuration de Mascara ( $C_m = 20\%$ ).**

Les trois paramètres du modèle Herschel-Bulkley sont présentés dans le tableau IV.2. Dans le tableau on remarque une augmentation du seuil d'écoulement et de l'indice de consistance de la boue avec l'augmentation de la taille des grains de la boue revanche une diminution de l'indice d'écoulement a été observé. L'augmentation du seuil d'écoulement, de l'indice de consistance et la diminution de l'indice d'écoulement peut s'expliquer par la dispersion des particules de la boue résiduaire fines dans la phase continue ainsi l'augmentation de quantité de la matière organique.

**Tableau IV.2 : Evolution du seuil d'écoulement, indice de consistance et de l'indice d'écoulement en fonction des diamètres de la boue résiduaire (C<sub>m</sub>= 20%)**

d (μm)	τ <sub>0</sub> (Pa)	k (Pa.s <sup>n</sup> )	n (-)	r <sup>2</sup>
80	1,6	0,6	0,7	0,999
100	3,8	0,9	0,6	0,999
200	7,5	3,2	0,5	0,996

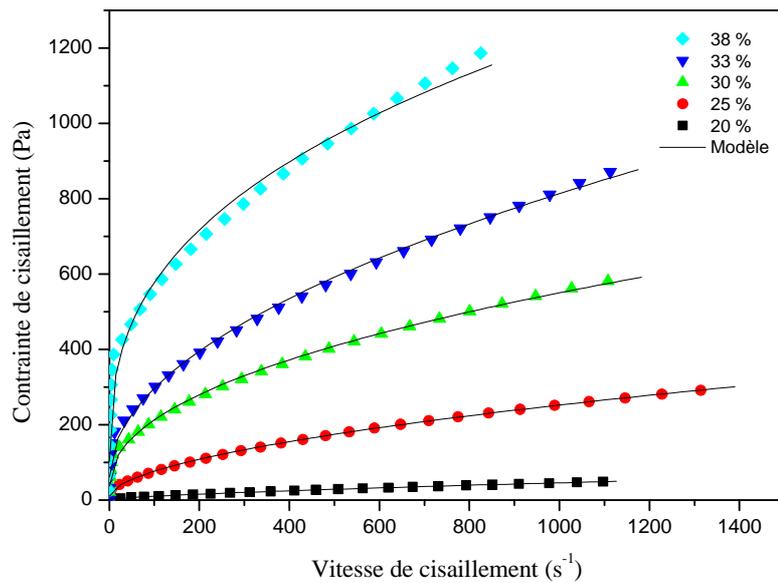
### IV.3.3. Effet de la concentration massique sur le comportement rhéologique de la boue résiduaire

#### IV.3.3.1. Courbe d'écoulement

Pour étudier l'effet de la concentration massique le comportement rhéologique de la boue résiduaire, cinq échantillons ont été préparés à différentes concentration (20%, 25%, 30%, 33% et 38%). Le but est de déterminer la concentration maximale d'entassement c'est-à-dire la concentration critique pour laquelle on ne pouvait plus ajouter de boue pour la conception des conduites de pompage dans les stations d'épuration. On a déterminé le protocole expérimental suivant :

- Pour assurer l'homogénéisation du fluide et la reproductibilité des mesures, les dispersions des boues résiduaires sont agitées magnétiquement en continu pendant 24 heures
- La géométrie utilisée est le cône-plan (C35/2Ti).
- Un pré-cisaillement à 760 s<sup>-1</sup> pendant 60,
- Un repos de 60 s de chaque échantillon suivi d'une rampe croissante en contrainte de 1 Pa à 1200 Pa pendant 900 s.
- Température de 20°C

La figure IV.6 représente une courbe d'écoulement de suspension de la boue pour différentes concentrations massiques (20%, 25%, 30%, 33% et 38%). Sur la figure 4.6 on remarque une augmentation de contrainte de cisaillement avec la concentration massique en boue. Le modèle de Herschel-Bulkley reproduit correctement le comportement rhéologique des suspensions.



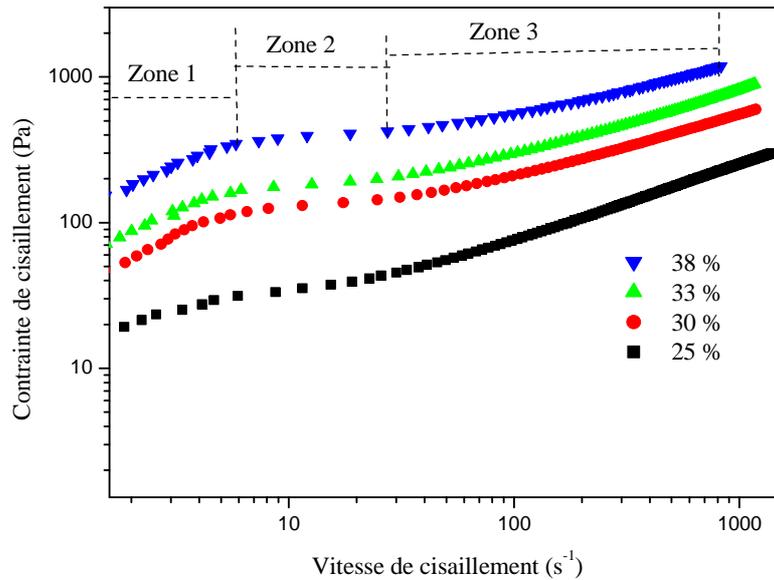
**Figure IV.6 : Courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour différentes concentration massique (20%, 25%, 30%, 33% et 38%).**

Pour des concentrations massiques en boue résiduaire supérieures à 20 % où la boue devient une pâte, les courbes d'écoulements sont décomposées en trois zones (figure IV.7) comme suit:

- La première est une zone non cisailée caractérisée par un seuil d'écoulement  $\tau_0$  qui est définie comme le passage entre le régime solide et le régime liquide. Ce comportement quasi-élastique peut être lié à la composition chimique dans la boue résiduaire et à l'énergie attractive entre les particules (Bekkour et al., 2005). Cette zone s'étend jusqu'à des vitesses de cisaillement d'ordre faible mesurées juste après la fin du seuil d'écoulement.
- La seconde zone se présente comme un palier où la vitesse de cisaillement varie fortement pour des valeurs moyennes de contrainte de cisaillement. Dans cette zone, la déformation non linéaire est elle moins négligeable par rapport la déformation linéaire, jusqu'à ce qu'on atteigne la troisième zone. Ce comportement aussi a été observé dans cristaux liquides par (Bonn et Meunier, 1998). D'après certains auteurs (Bonn et Meunier, 1998; Baudez 2001), dans cette zone il existe un deuxième seuil d'écoulement et un gradient de vitesse de cisaillement critique au-delà duquel les effets viscoélastiques n'interviennent pas dans le comportement rhéologique. Cette vitesse de cisaillement critique s'écrit :

$$\dot{\gamma}_c = \sqrt[n]{\frac{\tau_1 - \tau_0}{K}} \quad (\text{IV.1})$$

Avec:  $\tau_0$  seuil d'écoulement en Pa,  $K$  indice de consistance en  $\text{Pa}\cdot\text{s}^n$ ,  $n$  indice d'écoulement (-) et  $\tau_1$  le deuxième seuil d'écoulement. Le tableau 4.3 montre les valeurs de  $\tau_0$ ,  $\tau_1$  et la vitesse critique en fonction de la concentration massique en boue.



**Figure IV.7 : Trois zones de la courbe d'écoulement de boue résiduaire**  
( $C_m = 25\%$ ,  $30\%$ ,  $33\%$  et  $38\%$  ).

**Tableau IV.3 : Variation de  $\tau_0$ ,  $\tau_1$  et de la vitesse critique en fonction de la concentration massique.**

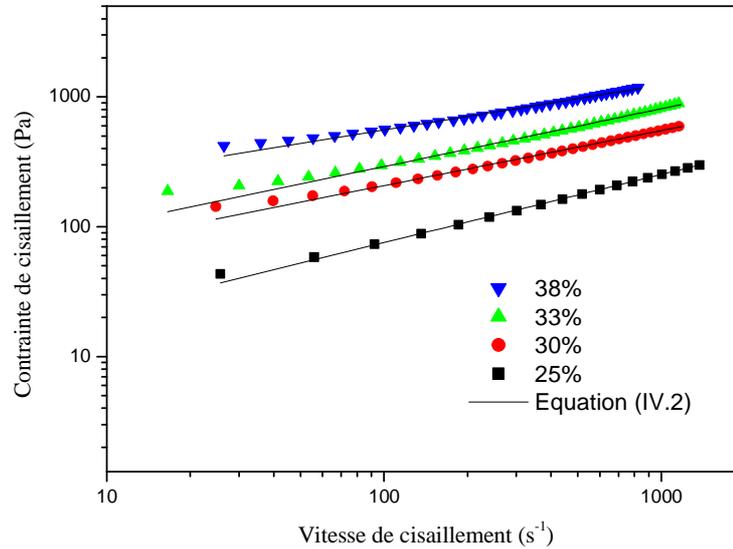
Concentration (%)	$\tau_0$ (Pa)	$\tau_1$ (Pa)	$\dot{\gamma}_c$ ( $\text{s}^{-1}$ )
25	10,5	43,3	17, 2
30	40	145,7	27,4
33	60,8	196,5	30,5
38	98,7	438,3	39,9

On remarque dans le tableau une augmentation de la vitesse critique avec l'augmentation de la concentration massique en boue.

-Dans la troisième zone on remarque un changement du comportement. Qui peut être analysé par le modèle d'Oswald avec un indice d'écoulement  $n$  inférieur à 1 (figure IV.8).

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (\text{IV.2})$$

avec  $k$  indice de consistance en  $(\text{Pa}\cdot\text{s}^n)$  et  $n$  indice d'écoulement en  $(-)$ .



**Figure IV.8: Courbe d'écoulement de la boue de la zone 3 pour différentes concentrations massiques.**

Le tableau IV.4 présente les paramètres du modèle Oswald de cette zone. Selon le tableau on remarque une augmentation d'indice de consistance et une diminution d'indice d'écoulement avec l'augmentation de la concentration massique en boue.

**Tableau IV.4 : Evolution des paramètres du modèle Oswald en fonction de la concentration massique en boue résiduaire (zone 3).**

Concentration %	$k (\text{Pa}\cdot\text{s}^n)$	$n (-)$	$R (-)$
25	$6,8\pm 0,04$	$0,5\pm 0,0001$	0,99
30	$18,19\pm 0,3$	$0,5\pm 0,001$	0,99
33	$37,7\pm 0,3$	$0,4\pm 0,001$	0,99
38	$111\pm 0,8$	$0,3\pm 0,001$	0,99

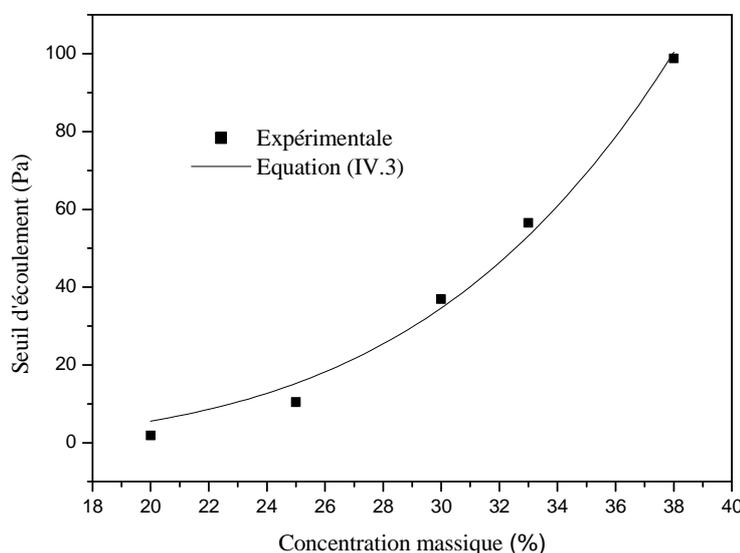
### IV.3.3.2 Effet de la concentration massique sur les paramètres du modèle de Herschel-Bulkley

#### IV.3.3.2.1. Effet de la concentration massique sur le seuil d'écoulement

La figure IV.9 montre l'évolution du seuil d'écoulement en fonction de la concentration massique en boue. L'évolution rapide du seuil d'écoulement avec de la concentration massique peut être décrite (Mori et al., 2006) par une loi exponentielle :

$$\tau_0 = a. \exp (b * C_m) \quad (IV.3)$$

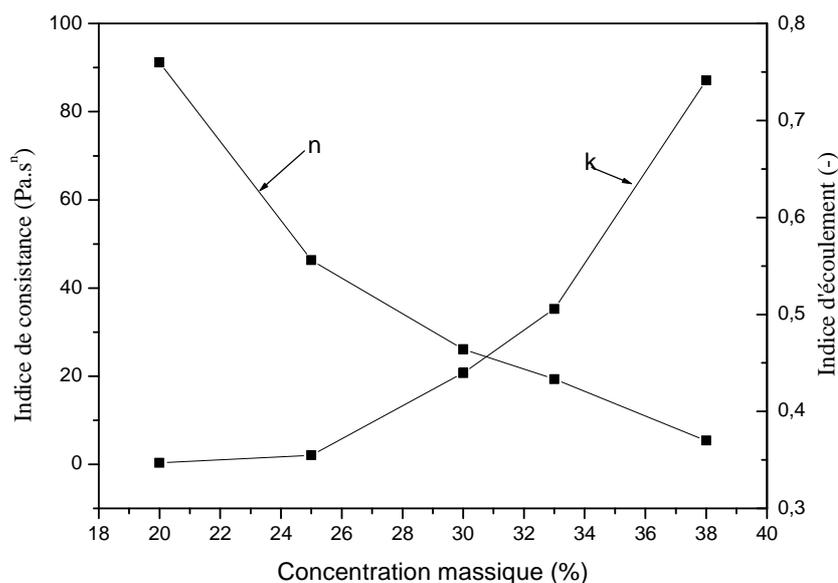
a, b sont des constantes et  $C_m$  la concentration massique de boue. Pour notre cas  $a= 0,275$  et  $b= 0,155$  avec  $R^2=0,997$ .



**Figure 4.9 : Evolution du seuil d'écoulement en fonction de la concentration massique en boue résiduaire.**

#### IV.3.3.2.2. Effet de la concentration massique sur l'indice de consistance et d'écoulement

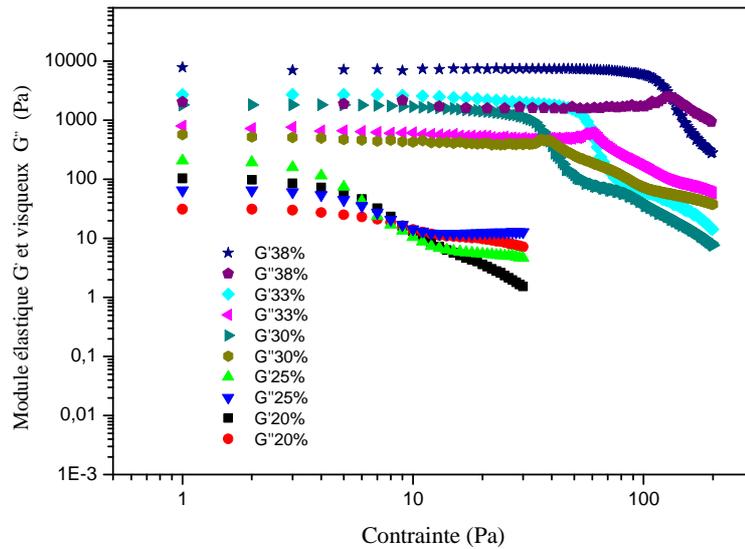
Sur la figure IV.10 on remarque une augmentation d'indice de consistance et une diminution linéaire de l'indice d'écoulement avec l'augmentation de la concentration massique de la boue résiduaire.



**Figure IV.10 : Evolution de l'indice de consistance et d'écoulement en fonction de la concentration massique en boue résiduaire.**

#### IV.3.4. Essais dynamiques

Afin de mieux comprendre la structure interne de boue, des mesures rhéologiques en régime dynamique ont été effectuées. Les essais dynamiques sont réalisés pour une amplitude de contrainte de 1 à 200 Pa et une fréquence constante de 1 Hz. La figure IV.11 montre l'évolution du module élastique  $G'$  et du module visqueux  $G''$  en fonction de la contrainte pour différentes concentrations de boue résiduaire. On observe sur la figure un domaine viscoélastique linéaire pour le quel les modules  $G'$  et  $G''$  sont quasi constants s'étend jusqu'à une contrainte critique  $\tau_{0dyn}$  au-delà de laquelle la diminution importante des modules traduit une déstructuration de la boue résiduaire.

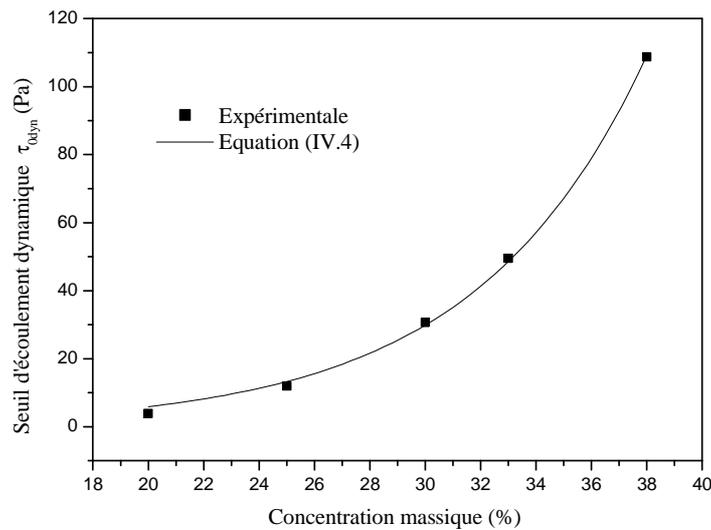


**Figure IV.11 : Module élastique et visqueux en fonction de la contrainte et fréquence 1 Hz ( $C_m = 20\%$ ,  $25\%$ ,  $30\%$ ,  $33\%$  et  $38\%$ )**

On remarque sur la figure IV.12 que  $\tau_{0dyn}$  augmente rapidement avec la concentration massique selon une loi exponentielle:

$$\tau_{0dyn} = a_1 \cdot \exp(b_1 * C_m) \quad (4.4)$$

avec  $a_1$ ,  $b_1$  sont des constantes,  $C_m$  la concentration massique de boue et  $\tau_{0dyn}$  le seuil d'écoulement dynamique de  $G'$ . Pour notre cas  $a_1 = 0,232$ ;  $b_1 = 0,161$  et  $R^2 = 0,997$ .



**Figure IV.12 : Evolution du seuil d'écoulement dynamique en fonction de la Concentration massique en boue résiduaire.**

Le tableau IV.5 donne des comparaisons entre le seuil déduit des mesures en écoulement et le seuil dynamique. On observe sur le tableau une bonne concordance entre le seuil calculé par les essais dynamique et en écoulement.

**Tableau IV.5 : Valeurs du seuil déduit des mesures en écoulement et par les essais dynamique pour G'**

Concentration (%)	$\tau_0$ (Pa)	$\tau_{0dyn}$ (Pa)
20	3,9	4,3
25	11,9	10,5
30	30,7	30
33	49,5	47,5
38	108,7	98,8

#### IV.3.4.2. Energie de cohésion

L'énergie de cohésion  $E_C$  dans la structure floculée est donnée par la relation (IV.5). Cette énergie peut être utilisée de manière quantitative en tant que mesure de l'interaction de la structure floculée et avec celui-ci peut aussi être considérée comme une mesure du degré de floculation de la boue.

$$E_C = \frac{1}{2} \tau_{0dyn} \gamma_C^2 \quad (IV.5)$$

avec  $\tau_{0dyn}$  le seuil d'écoulement dynamique (Pa) et  $\gamma_C$  la déformation critique correspondant au seuil d'écoulement dynamique (-). Le tableau IV.6 montre l'évolution de l'énergie cohésion et de la déformation critique en fonction de la concentration massique en boue. On observe sur le tableau une forte augmentation de l'énergie cohésion en fonction de la concentration massique en boue résiduaire cette augmentation de l'énergie cohésion provoque une augmentation de l'interaction de floculation de la boue résiduaire.

**Tableau IV.6 : Evolution de l'énergie cohésion et de la déformation critique en fonction de la concentration massique en boue.**

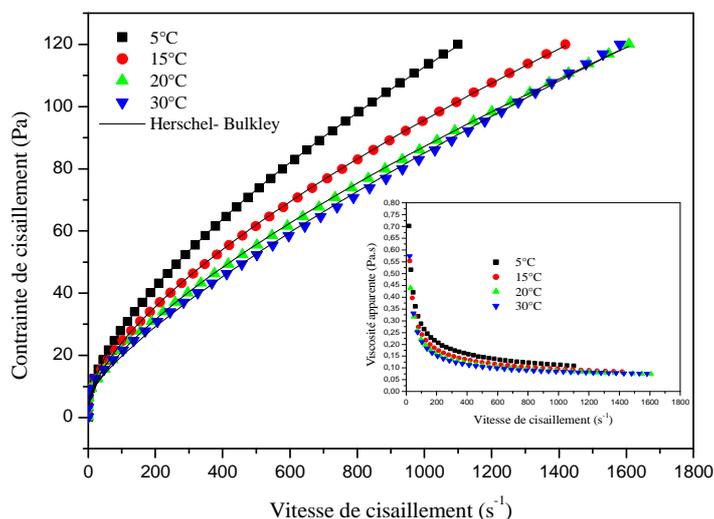
Concentration (%)	$E_C$ (J/m <sup>3</sup> )	$\gamma_C$ (-)
20	12,38	2,4
25	15,17	1,7
30	101,4	2,6
33	342,95	3,8
38	360,12	2,7

### IV.3.5. Effet de la température sur le comportement rhéologique

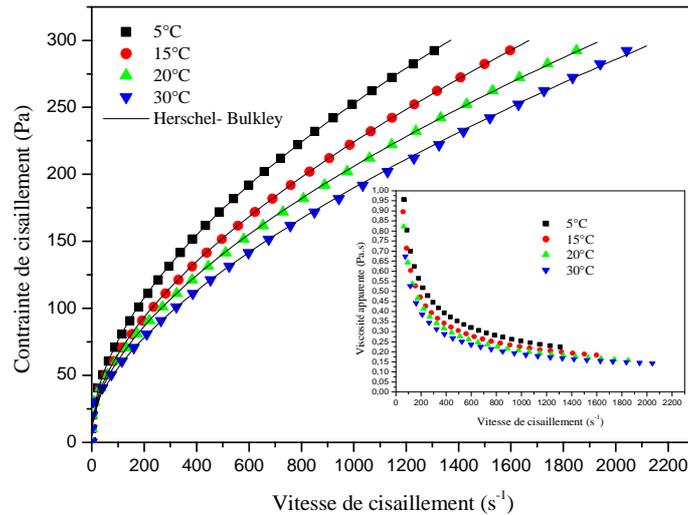
#### IV.3.5.1. Effet de la température sur l'écoulement de la boue

L'effet de la température sur les propriétés rhéologiques des boues a été étudié pour deux concentrations massiques (23% et 28,5%) de boue résiduaire dans la plage de température de 5°C à 30°C. Afin d'éviter tout effet de mémoire nous avons soumis chaque échantillon à un pré-cisaillement de  $760 \text{ s}^{-1}$  pendant 60 s. Par la suite l'échantillon est laissé au repos, sous la géométrie de mesure, pendant 600 s. Cette opération est répétée avant chaque test. Après le temps de repos, une rampe de contrainte montante est imposée à l'échantillon. Cette rampe dépend de la concentration massique en boue. Pour la concentration massique de 23%, une rampe de 0,2 Pa à 120 Pa est appliquée pendant 600 s. Pour la concentration massique de 28,5%, une rampe de 0,2 Pa à 300 Pa est appliquée pendant 600 s. Afin d'assurer la reproductibilité des résultats, deux essais sont réalisées pour chaque température.

Les figures IV.13 et IV.14 montrent, l'évolution de la contrainte de cisaillement et la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  pour chaque température (5 °C à 30 °C). Le modèle d'Herschel-Bulkley a été utilisé pour lisser l'évolution de contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement pour différentes températures.



**Figure IV.13 : Courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour différentes températures ( $C_m= 23\%$ ).**



**Figure IV.14 : Courbe d'écoulement de la boue résiduaire pour différentes températures ( $C_m= 28,5\%$ ).**

Le tableau IV.7 montre l'évolution des paramètres du modèle d'Herschel-Bulkley en fonction de la température. On remarque à partir de ce tableau une augmentation du seuil d'écoulement et d'indice d'écoulement avec l'augmentation de la température. En ce qui concerne l'indice d'écoulement, il est presque constante, sauf pour la température la plus élevée. Ce comportement pourrait s'expliquer par des interactions entre les granules de la suspension de boue.

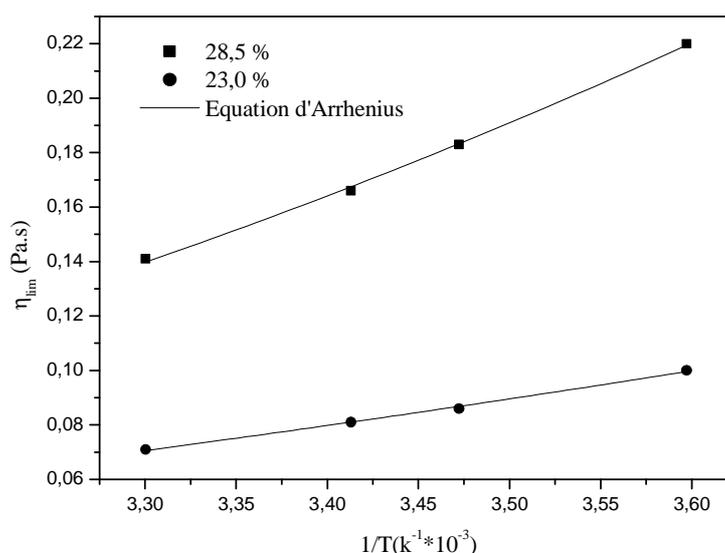
**Tableau IV.7: Paramètres du modèle d'Herschel- Bulkley en fonction de la température.**

Concentration massique %	$\theta(^{\circ}\text{C})$	$\tau_0$ (Pa)	$k$ (Pa.s <sup>n</sup> )	$n$ (-)	$R^2$
23	5	3,6±0,3	1,2±0,04	0,6±0,005	0,999
	15	4,0±0,3	0,9±0,04	0,6±0,01	0,999
	20	4,3±0,4	0,7±0,03	0,7±0,007	0,999
	30	6,2±0,6	0,4±0,04	0,7±0,01	0,998
28,5	5	9,7±0,5	4,92±0,10	0,5±0,002	0,999
	15	11,7±0,5	3,49±0,09	0,6±0,003	0,999
	20	11,9±0,6	3,21±0,09	0,6±0,003	0,999
	30	14,5±0,7	2,3±0,08	0,6±0,004	0,998

#### IV.3.5.2. Effet de la température sur la viscosité limite de la boue résiduaire

Sur les figures IV.13 et IV.14 on remarque une diminution de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement, puis tend vers une viscosité limite ( $\eta_{Lim}$ ) constante à une vitesse de cisaillement. La figure IV.15 montre que la viscosité limite des boues diminue de 0,22 à 0,14 Pa.s pour la concentration massique de 28,5% ; et de 0,1 à 0,071 Pa.s pour une concentration massique de 23% , avec l'augmentation la température de 278°K à 303 ° K . Des résultats similaires sur les boues résiduaires ont été observés par Mu and Yu, 2006 et dans des dispersions aqueuses de dioxyde de titane par Mikulasek et al., 1997. L'équation d'Arrhenius (équation III.11 chapitre III) a été utilisée afin de lisser l'évolution de la viscosité limite en fonction de la température.

Le tableau IV.8 résume les valeurs des paramètres de l'équation d'Arrhenius en fonction de la concentration massique.



**Figure IV.15 : Variation de la viscosité limite en fonction de 1/T (C<sub>m</sub>= 23% et 28,5 %).**

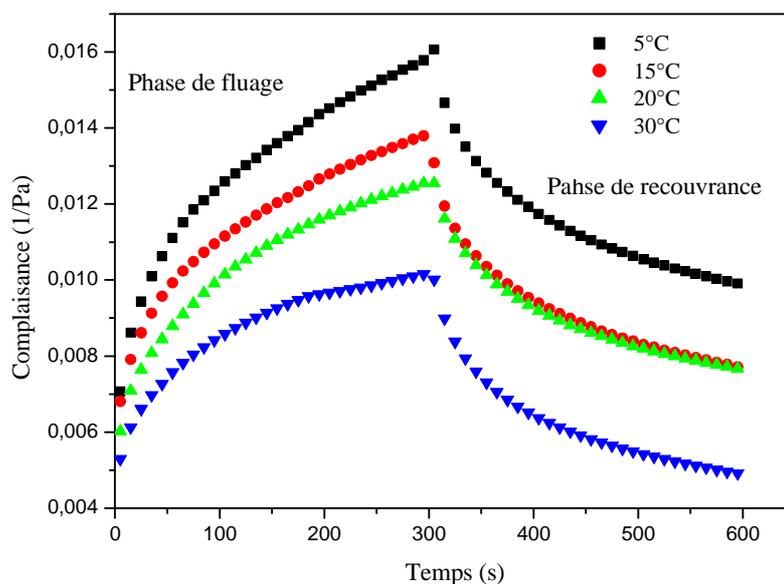
Sur le tableau IV.8 on observe une augmentation de l'énergie d'activation avec la concentration massique en boue résiduaire. D'après certains auteurs (Mu and Yu , 2006 ; Pevere et al., 2009) on peut relier ces valeurs d'énergie d'activation aux interactions entre les granules de la suspension de boue résiduaire.

**Tableau IV.8 : Evolution des paramètres de l'équation d'Arrhenius en fonction de la concentration massique.**

Concentration massique (%)	A (-)	E <sub>a</sub> (J/mol)	R <sup>2</sup>
23,0	4,6±0,6	114±0,9	0,998
28,5	33,0±0,2	150±0,8	0,998

**IV.3.5.3. Evolution de la déformation de boue résiduaire en fonction de la température (essais de fluage)**

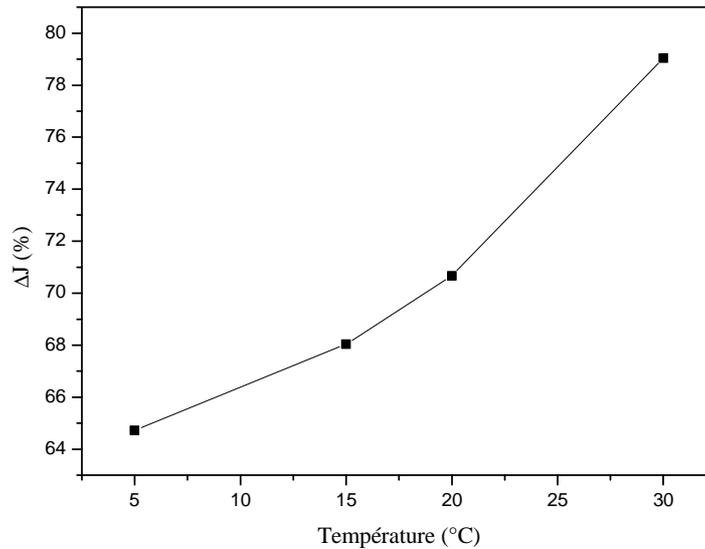
Cette étude a été effectuée pour une concentration de 28,5% en boue résiduaire selon le protocole suivant. Après un pré-cisaillement à  $760 \text{ s}^{-1}$ , pendant 60s suivant d'un repos de 600s, après le temps de repos on appliquant une contrainte constante de 5 Pa ,dans le domaine de viscoélasticité linéaire, pendant un temps  $t=300$  secondes et en enregistrant l'évolution de la complaisance élastique au cours du temps pendant la phase de fluage, a  $t=300 \text{ s}$  la contrainte est ramenée instantanément à zéro et on mesure la complaisance élastique durant la phase de recouvrance pendant un temps de 300 s.



**Figure IV.16 : Essais de fluage réalisés à différentes températures pour  $C_m=28,5\%$  en boue résiduaire à contrainte constante de 5 Pa.**

La figure IV.16 représente les courbes de retard et de recouvrance de boue pour différentes températures (5°C, 15°C, 20°C et 30°C). Pour quantifier l'effet de la température sur le comportement viscoélastique de boue en fonction de la température, nous avons calculé le taux de recouvrance par la boue après l'annulation de la contrainte (Duràn et al., 2000)

$$\Delta J = 100 \frac{J(300) - J(600)}{J(300)} \quad (\text{IV.6})$$



**Figure IV.17 : Variation du taux de recouvrance en fonction de la température (concentration massique 28,5 %).**

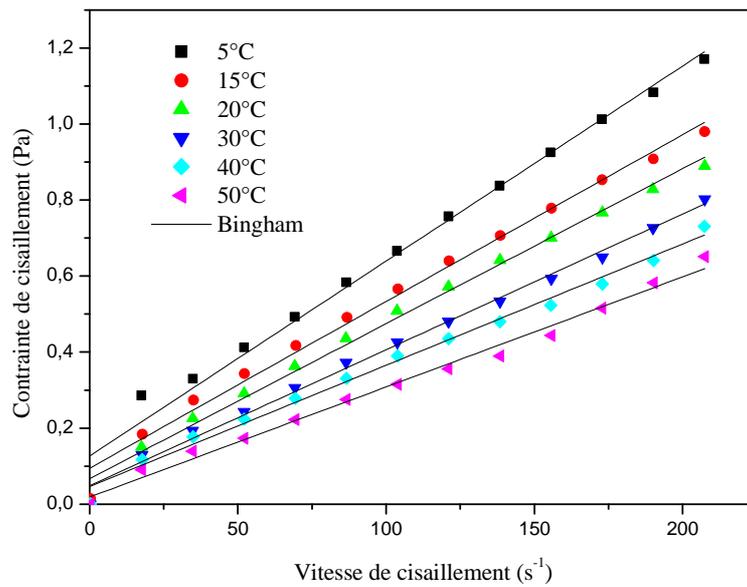
La figure IV.17 représente l'évolution du taux de recouvrance en fonction de la température. On observe une augmentation de  $\Delta J$  en fonction de la température indiquant le passage d'un régime liquide au régime solide. Ceci confirme les résultats obtenus en écoulement.

#### **IV.3.6. Evolution de la viscosité de boue activée en fonction de la température**

La figure IV.18 présente les tests rhéologiques effectués sur une boue activée d'une station d'épuration de Mascara avec MS de 2,3g/L. Le modèle de Bingham a été utilisé:

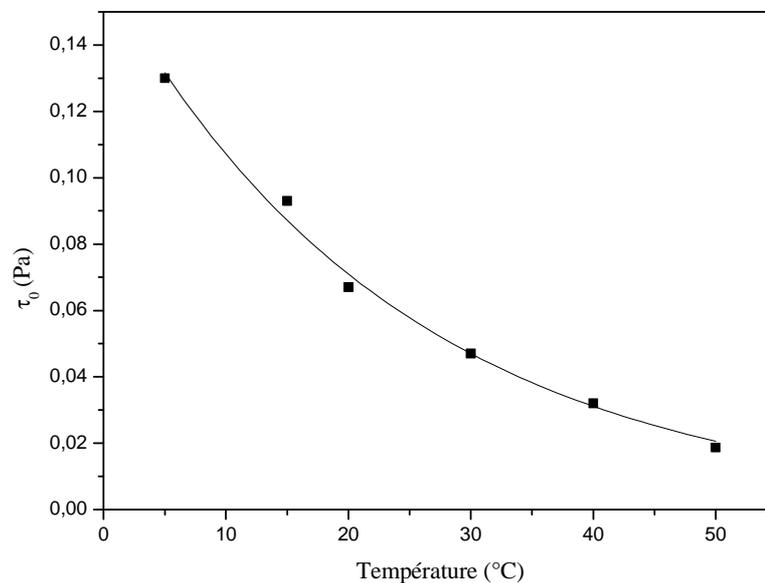
$$\tau = \tau_0 + \eta_B \dot{\gamma} \quad (\text{IV.7})$$

avec  $\tau_0$  le seuil d'écoulement en (Pa) et  $\eta_B$  la viscosité de Bingham en (Pa.s)

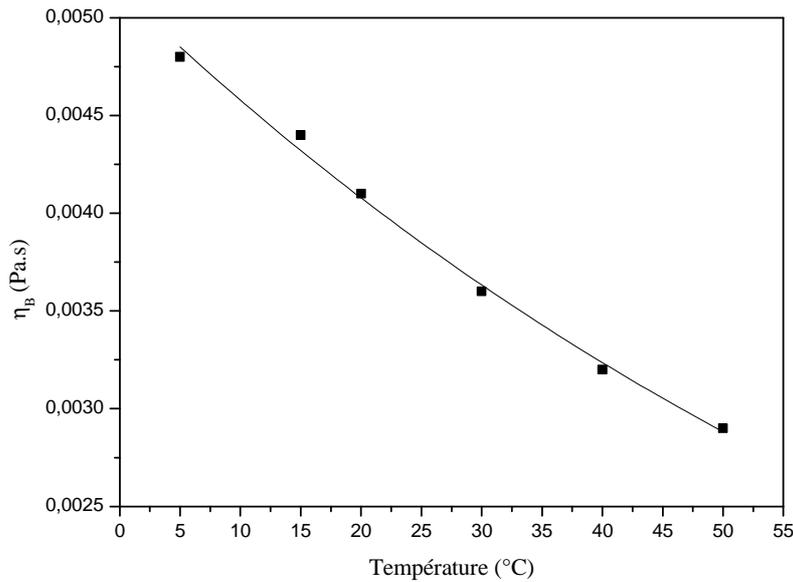


**Figure IV.18 : Courbe d'écoulement de boue activée de station d'épuration de Mascara en fonction de la température (MS=2,3 g/l).**

Les figures IV.19 et IV.20 représentent respectivement l'évolution du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique en fonction de la température.



**Figure IV.19 : Variation du seuil d'écoulement de boue activée de station d'épuration de Mascara en fonction de la température.**



**Figure IV.20 : Variation de la viscosité plastique de boue activée de station d'épuration de mascara en fonction de la température.**

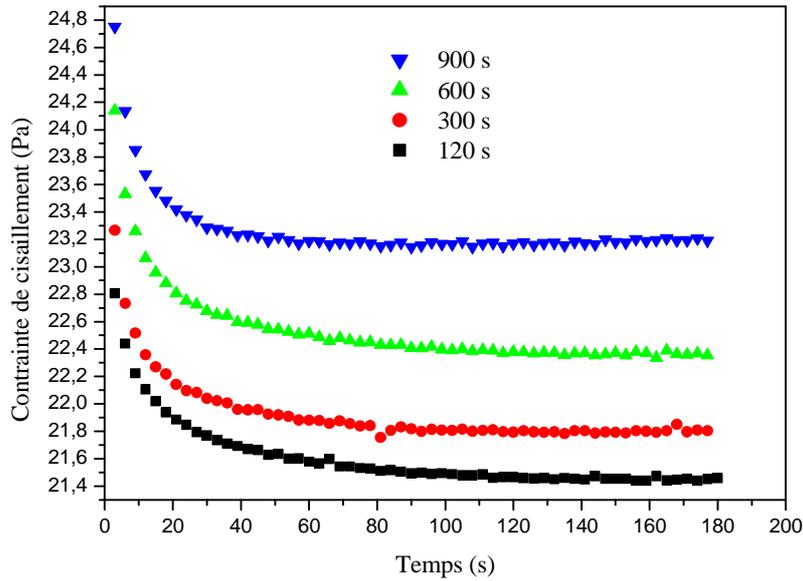
On observe sur les figures IV.19 et IV.20 une diminution exponentielle du seuil d'écoulement ( $\tau_0$ ) et de la viscosité plastique avec l'augmentation de la température de 5 à 50°C. Cette diminution du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique peut être liée à la solubilisation des exopolymères par la température. Manoliadis et Bishop, 1984 ont étudié l'influence de la température comprise entre 10°C à 25°C sur les boues résiduaires liquides. Les auteurs observé que la viscosité apparente des boues varie dans des proportions similaires à la viscosité des fluides newtoniens. En effet, la température en solubilisant la matière, permet de modifier la structure en gel des boues non traitées. Donc l'augmentation de la température faciliter le transport des boues dans les conduites des stations de pompages.

#### **IV.3.7. Effet du temps repos et de la vitesse de cisaillement sur le comportement thixotropique de la boue résiduaire**

##### **IV.3.7.1. Effet du temps de repos sur la restructuration de la boue résiduaire**

Cette expérience permettant d'étudier la déstructuration des matériaux thixotropes est la mesure de la contrainte de cisaillement en fonction du temps lors de l'imposition d'une vitesse de cisaillement constante, le matériau étant complètement structuré au départ après un repos suffisant.

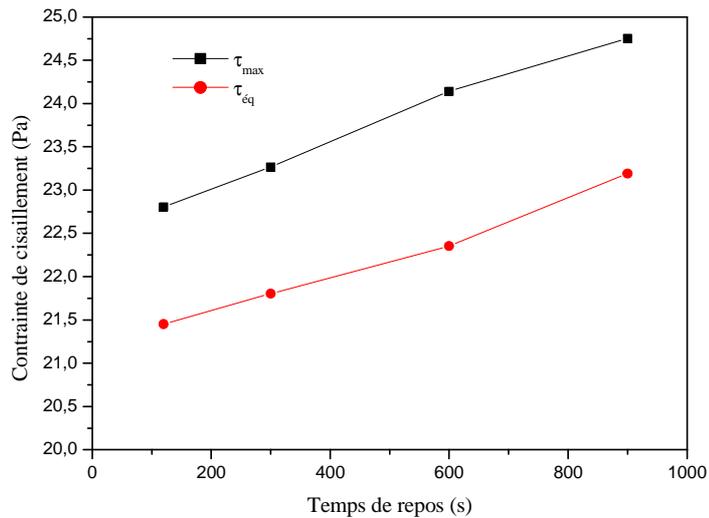
La figure IV.21 montre la variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement une vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$ ) et différents temps de repos (120, 300, 600 et 900 s).



**Figure IV.21 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps de cisaillement pour une vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$  pour différents temps de repos ( $C_m = 23\%$ ).**

Sur la figure on observe que la contrainte décroît et s'approche vers une valeur constante après 40 s de cisaillement pour différents temps de repos. La diminution lente de la contrainte est due à déstructuration progressive du matériau qui se stabilise à long terme (régime permanent).

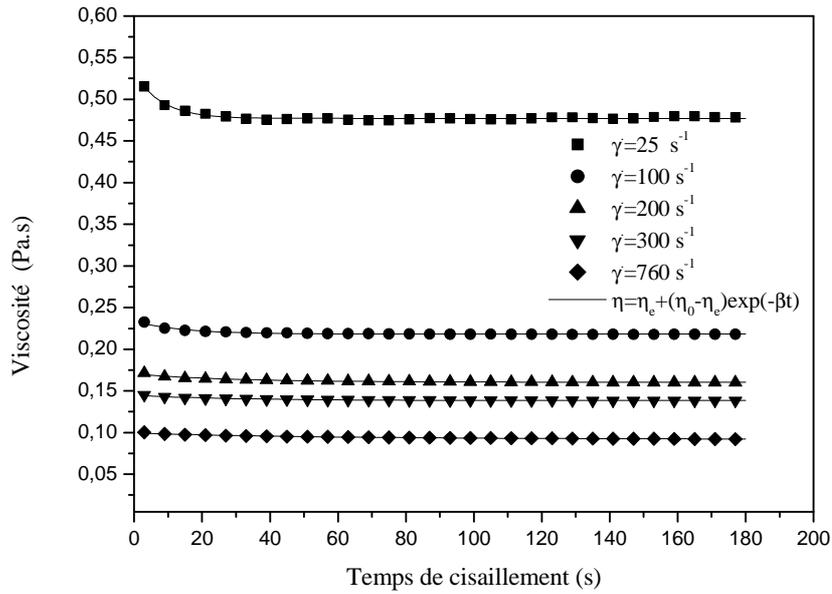
Lorsque le temps de repos augmente on constate une augmentation de la contrainte initiale et d'équilibre (figure IV.22) avec le temps de repos ( Roussel, 2006).



**Figure IV.22 : Variation de la contrainte initiale et d'équilibre en fonction du temps de repos pour une vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$  ( $C_m = 23\%$ ).**

#### **IV.3.7.2 Effet de la vitesse de cisaillement sur le comportement thixotrope de la boue résiduaire**

Avant chaque test l'échantillon est laissé au repos, sous la géométrie de mesure pendant 600 s, après le temps de repos, l'échantillon est pré-cisailé pendant 180 s à différentes valeurs de vitesse de cisaillement constante ( $25 \text{ s}^{-1}$ ,  $100 \text{ s}^{-1}$ ,  $200 \text{ s}^{-1}$ ,  $300 \text{ s}^{-1}$  et  $760 \text{ s}^{-1}$ ) à température de  $20^\circ\text{C}$ . La figure IV.23 montre l'évolution de la viscosité apparente en fonction du temps pour des vitesses de cisaillement entre de 25 à  $760 \text{ s}^{-1}$ . Pour toutes les vitesses de cisaillement, on remarque une diminution sensible de la viscosité apparente avec le temps, en particulier dans les phases initiales de cisaillement puis tend vers une valeur d'équilibre après 40 s de cisaillement sauf pour une vitesse de cisaillement de  $25 \text{ s}^{-1}$  pour laquelle le temps de stabilisation est de 20 s.



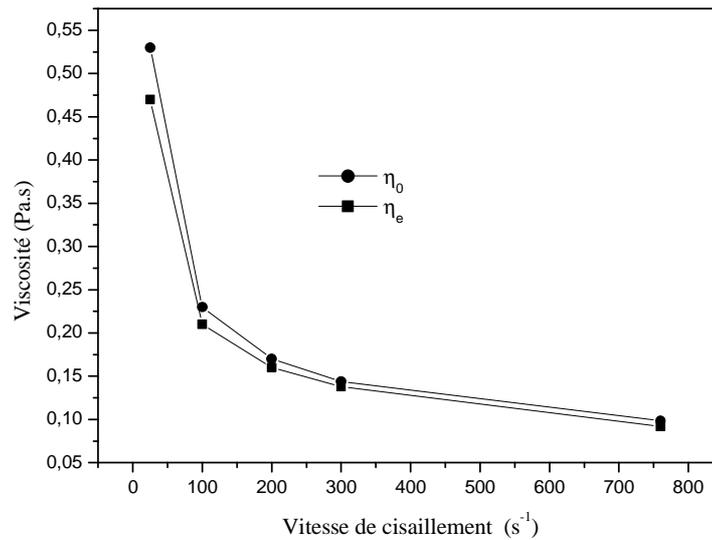
**Figure IV.23 : Evolution de la viscosité apparente en fonction du temps de cisaillement pour des taux de cisaillement entre de 25 à 760 s<sup>-1</sup> (C<sub>m</sub>= 23 %).**

Pour modéliser le comportement structurel des boues, nous avons appliqué le modèle phénoménologique de Tiu 1974, basé sur une approche proposée initialement par Moore 1959 et améliorée par Cheng et Evans, 1965 (voir chapitre III).

Pour déterminer la viscosité d'équilibre nous avons analysé les courbes de la figure IV.23 par l'équation (IV.8) :

$$\eta = \eta_e + (\eta_0 - \eta_e) \exp(-\beta t) \quad (\text{IV.8})$$

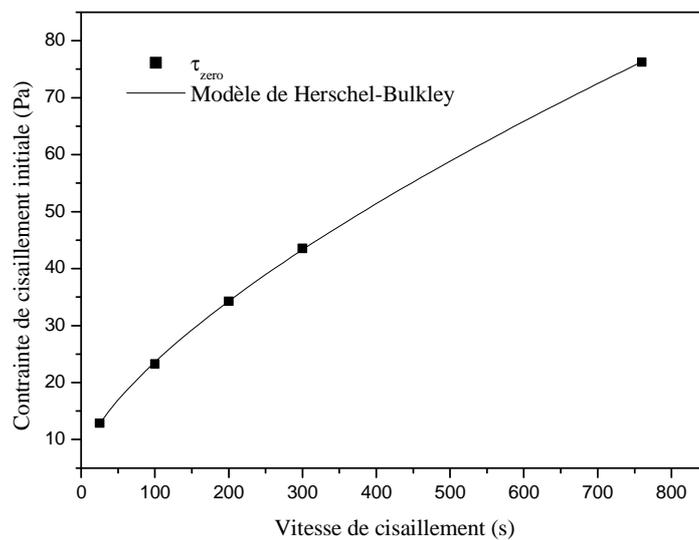
La figure IV.24 montre la variation de la viscosité d'équilibre et de la viscosité initiale déterminée par l'équation (IV.8).



**Figure IV.24 : Variation de viscosité d'équilibre et initiale en fonction de la vitesse de cisaillement déterminé par l'équation (IV.8).**

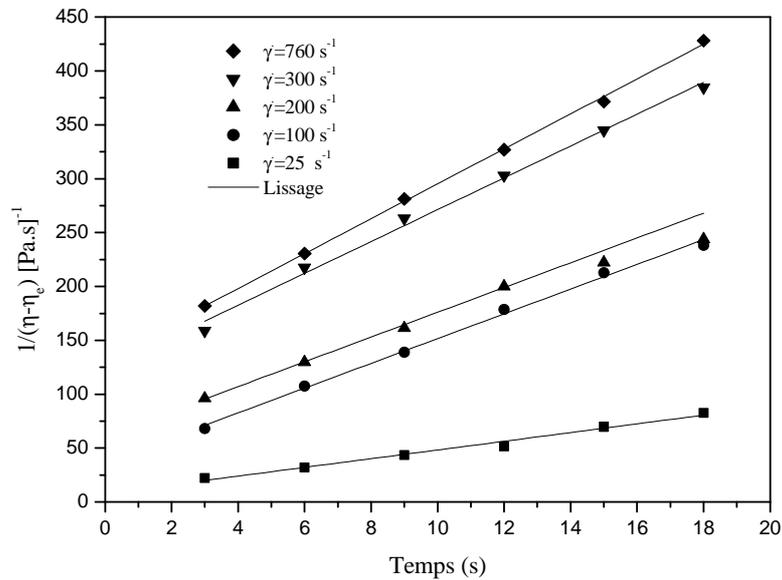
On observe sur La figure 4.25 une augmentation de la contrainte de cisaillement initiale en fonction de la vitesse de cisaillement pour une concentration massique de 23% en boue résiduaire. La courbe a été analysée par le modèle de Herschel-Bulkley:

$$\tau_{y0} = 0,797 + 0,78\dot{\gamma}^{(0,678)}, R^2 = 0,999 \quad (\text{IV.9})$$



**Figure IV.25 : Evolution de la contrainte de cisaillement initiale en fonction du taux de cisaillement pour une concentration massique de 23% en boue résiduaire.**

La figure IV.26 présente partie linéaire des courbes de l'équation (III.21, chapitre III) à la suspension de boue résiduaire de 23 % dont la pente est égale à  $a_1$ . Le résultat de la représentation  $\frac{1}{\eta-\eta_e}$  à  $t'$  est alors utilisé pour définir la relation entre  $a_1$  et  $\dot{\gamma}$  et par conséquent la relation entre  $K_2$  et  $\dot{\gamma}$ .



**Figure IV.26 : Partie linéaire de la courbe  $\frac{1}{\eta-\eta_e}$  en fonction du temps de cisaillement  $t'$ , pour différentes vitesse de cisaillement appliquées  $C_m=23\%$  en boue résiduaire.**

La figure IV.27 représente l'évolution des paramètres  $a_1$  et  $K_2$  en fonction de la vitesse de cisaillement. Les deux paramètres  $a_1$  et  $K_2$  peuvent être corrélés par une loi de puissance suivant les expressions :

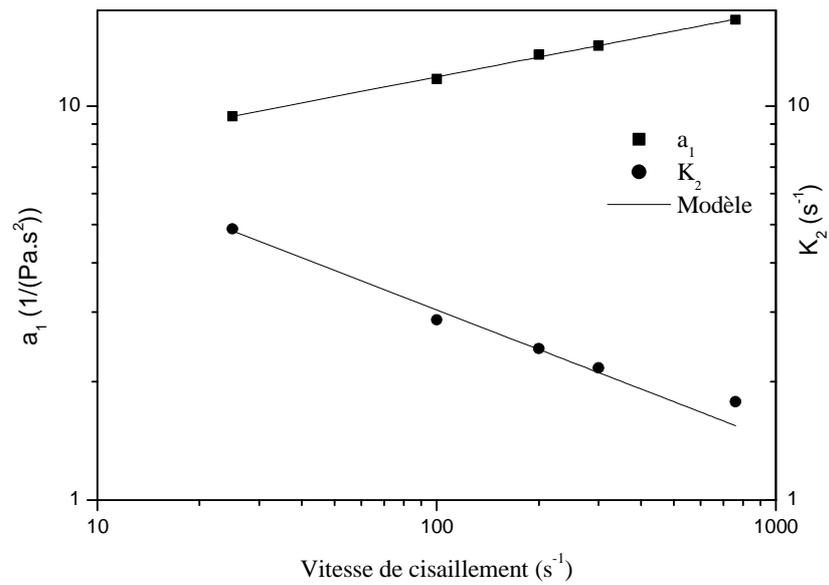
$$a_1 = \alpha_1 \dot{\gamma}^{\beta_1} \quad (\text{IV.10})$$

$$k_2 = \alpha_2 \dot{\gamma}^{-\beta_2} \quad (\text{IV.11})$$

Avec :

$$\alpha_1 = 5,51 \pm 0,14; \beta_1 = 0,167 \pm 0,004, R^2 = 0,98$$

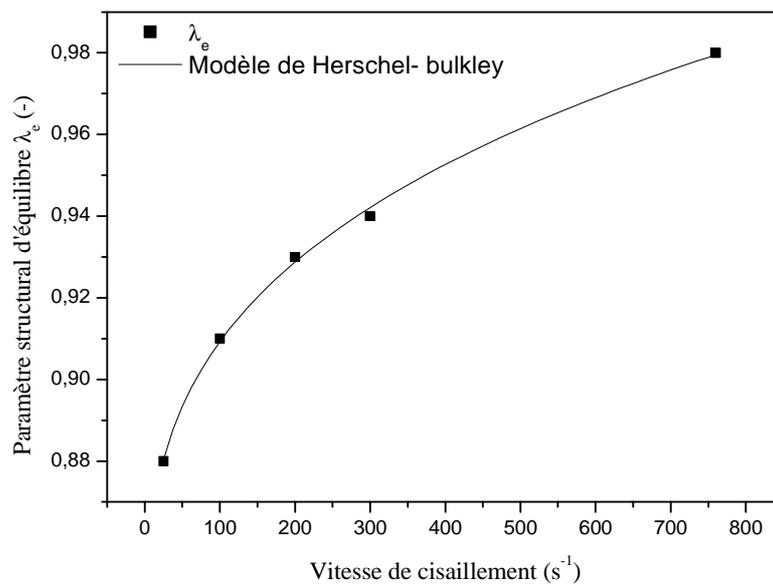
$$\alpha_2 = 13,5 \pm 0,28; \beta_2 = 0,32 \pm 0,021, R^2 = 0,98$$



**Figure IV.27 : Evolution des paramètres  $a_1$  et  $K_2$  en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m=23\%$ )**

Sur la figure IV.28 on remarque une augmentation du structural d'équilibre  $\lambda_e$  avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement et tend vers 1 pour les fortes vitesses de cisaillement. La courbe a été modélisée par le modèle de Herschel-Bulkley :

$$\lambda_e = 0,82 + 0,022\dot{\gamma}^{(0,29)}, R^2 = 0,998 \quad (\text{IV.12})$$

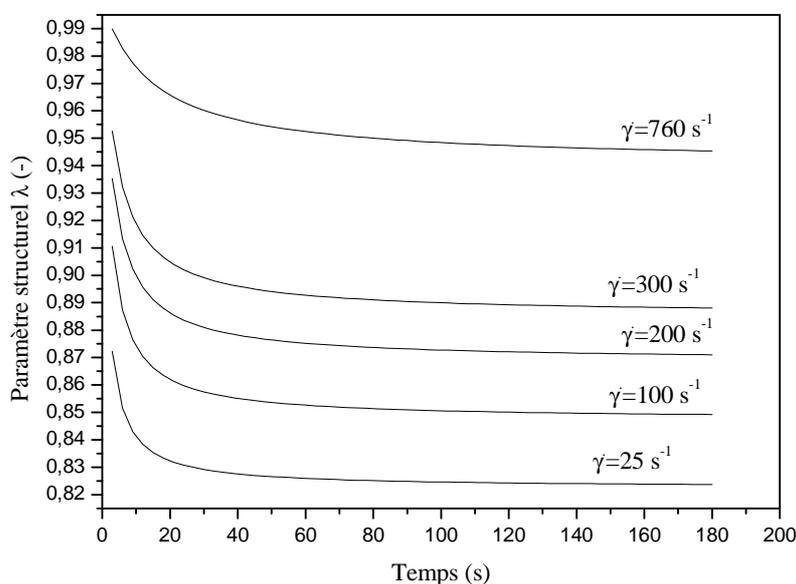


**Figure IV.28 : Variation de  $\lambda_e$  en fonction de la vitesse de cisaillement ( $C_m=23\%$ ).**

Finalement la valeur de  $\lambda$  est donnée par :

$$\lambda = \lambda_e + \frac{1}{\frac{1}{(1-\lambda_e)} + K_2 t} \quad (\text{IV.13})$$

La figure IV.29 montre l'évolution du paramètre structurel ( $\lambda$ ) en fonction du temps de cisaillement pour différentes vitesses de cisaillement. Selon la figure IV.39 on remarque une diminution significative au début de cisaillement après 40 s il se stabilise. On observe aussi pour les valeurs de vitesse de cisaillement élevées le paramètre structurel ( $\lambda$ ) tend vers 1 au début de cisaillement dans ce cas la boue est complètement restructurée.

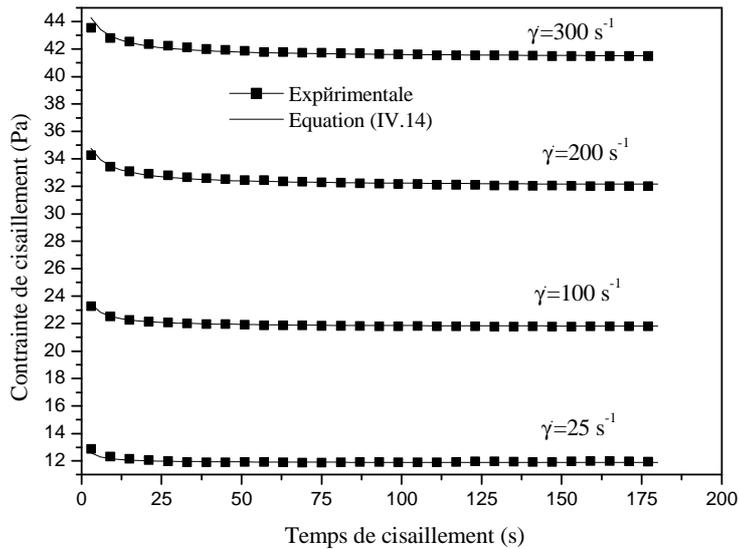


**Figure 4.29 : Evolution du paramètre structurel ( $\lambda$ ) en fonction du temps de cisaillement pour différentes vitesses de cisaillement.**

Les équations (IV.12) et (IV.13) peuvent être substituées dans l'équation (III.15, chapitre III) qui donne une expression générale de la contrainte de cisaillement, elle ne dépend que de la vitesse et du temps de cisaillement :

$$\tau(t) = \left( 0,82 + 0,022\dot{\gamma}^{(0,29)} + \frac{1}{\frac{1}{(1-(0,82+0,022\dot{\gamma}^{(0,29)}))} + K_2 t} \right) (5,77 + 0,78\dot{\gamma}^{(0,687)}) \quad (\text{IV.14})$$

La figure IV.31 montre des comparaisons entre la contrainte de cisaillement expérimentales avec l'équation (IV.14). On remarque une bonne concordance entre les résultats expérimentaux et le modèle proposé.



**Figure IV.30 : Comparaisons entre la contrainte de cisaillement expérimentale et le modèle proposé (Equation IV.14).**

#### IV.4. Conclusion

Dans ce chapitre, l'effet de la concentration massique, du diamètre des particules et la température sur le comportement d'écoulement des boues résiduaires et activées ainsi que l'effet de temps de repos et de la vitesse de cisaillement sur le comportement thixotropique des boues résiduaires ont été étudiés.

Le modèle de Herschel-Bulkley, dont les paramètres dépendent de la concentration massique et de la température, a donné une bonne corrélation avec le comportement rhéologique des boues résiduaires.

L'augmentation de la concentration massique en boue provoque une augmentation du seuil d'écoulement et de l'indice de consistance en revanche une diminution de l'indice de la consistance est observée.

L'étude a montré aussi que le seuil d'écoulement et l'indice d'écoulement augmente avec la température tandis que l'indice de consistance diminue avec l'augmentation de la température. La viscosité limite des boues résiduaires a diminué lorsque la température augmente, et leur relation pourrait être modélisée par l'équation d'Arrhenius.

L'effet de la température sur le comportement rhéologique d'une boue activée de station montre que l'augmentation de la température de 5°C à 50°C provoque une diminution du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique (Bingham) de la boue

activée. Cette diminution du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique facilite le transport des boues dans les conduites des stations de pompage.

La viscosité apparente des boues résiduelles décroît très rapidement avec le temps et la vitesse de cisaillement et tend vers une valeur d'équilibre. Afin de prendre en compte l'évolution structurelle de ces suspensions concentrées, la loi rhéologique de Herschel- Bulkley a été modifiée par l'introduction d'une variable structurelle dépendant du temps (Tiu et Boger 1974).

Une partie des résultats sur l'effet de la température sur l'écoulement stationnaire et sur le comportement thixotropique des boues résiduelles ont fait l'objet d'un article (voir article en annexe 2).

## Références bibliographiques

Baudez J.C. Rhéologie et physico-chimie des boues résiduaires pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. PhD thèse 2001, Ecole Nationale du Génie Rural. Des Eaux et Forêts, Paris.

Baudez J.C. About peak and loop in sludge rheograms. *Journal of Environmental Management*, 2006, (78):232-239.

Baudez J.C. Physical aging and thixotropy in sludge rheology. *Applied Rheology*, 2008, (18):1-8.

Bekkour K., Leyama M., Benchabane A., Scribeber O. Time dependent rheological behavior of bentonite suspensions: An experimental study. *Journal of Rheology* 2005, (49): 139-1345.

Bonn D., Meunier J. Bistability in non-Newtonian flow: Rheology of lyotropic liquid crystals. *Physical review*, 1995, (58):2115-2118.

Bougrier C., Albasi C., Delgenés J.P., Carrère H. Effect of ultrasonic, thermal and ozone pre-treatments on waste activated sludge solubilisation and anaerobic biodegradability», *Chemical Engineering and processing*, 2006, (45):711-718.

Cheng D.H, Evans F. Phenomenological characterization of the rheological behaviour of inelastic reversible thixotropic and antithixotropic fluids. *Br. J. Appl. Phys* 1965, (16): 1599-1617.

Durán J. D. G, Ramos-Tejad M. M., Arroyo F. J., Gonzalez-Caballero F. Rheological and electrokinetic properties of sodium montmorillonite suspensions. *J. Colloid Interface Sci* 2002 (229) :107-117.

Forster C.F. Sludge surfaces and their relation to the rheology of sewage sludge suspensions. *J. Chem. Tech Biotech*, 1982, (32):790-807.

Manoliadis J., Bishop C. Temperature effect on rheology of sludges. *Journal of environ Engraining*, 1984, (110): 286-290.

Mikulasek P., Wakeman R.J., Marchant J.Q. The influence of pH and temperature on the rheology and stability of aqueous titanium dioxide dispersion. , *Chem. Eng. J.* 1997,(67): 97-102.

Monteiro P.S. The influence of the anaerobic digestion process on the sewage sludge rheological behavior. *Water Science Technology*, 1997 (36): 6-7.

Moore F. The rheology of ceramic and slip bodies. *Trans Br Ceram. Soc* 1959 , (58):470-494.

- Mori M., Seyssiecq I., Roche N. Rheological measurements of sewage sludge for various solids concentrations and geometry. *Process Biochemistry* 2006 , (41) : 1656–1662.
- Mu Y., Yu H.Q. Rheological and fractal characteristics of granular sludge an upflow anaerobic reactor. *Water research*, 2006,(.40):3596 – 3602.
- Pevere A., Guibaud G., Goin E., Hullebusch E.V., Lens P. Effect of physic-chemical on the viscosity evolution of anaerobic granular sludge. *Biochemical Engineering Journal*, 2009, (43): 231-238.
- Pevere A., Guibaud G., van Hullebusch E., Lens P., Baudu M. Viscosity evolution of anaerobic granular sludge. *Biochemical Engineering Journal* 2006, (27) : 315–322.
- Roussel N. A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and application. *Cement and Concrete Research* 2006, (36): 1797-1806.
- Seyssiecq I., Ferrasse J., Roche, N. State-of-the-art: rheological characterization of wastewater treatment sludge. *Biochem. Eng. J*, 2003,(16):41–56.
- Tiu C., Boger D.V. Complete rheological characterisation of time dependent food products. *J. Texture Studies* 1974, (5): 329-338.
- Tixier N., Guibaud G., Baudu M. Effect of pH and ionic environment changes on interparticle interactions affecting activated sludge: a rheological approach. *Environ. Technol*, 2003, (24): 971–978.
- Yen P.S, Chen L.C., Chien C.Y., Wu R.M., Lee D.J. Network strength and dewaterability of flocculated activated sludge. *Water Research*, (2002), (36 ):539-550.

## Chapitre V Etude rhéologique des mélanges vase de barrage-boue résiduaire de station d'épuration

### V.1. Introduction

Après avoir étudié le comportement rhéologique des vases de barrage et des boues de station d'épuration. L'objectif de ce chapitre est de présenter les résultats sur les mélanges vases-boues résiduaire afin d'optimiser par diminution des pertes de charges pendant le dévasement hydraulique des barrages.

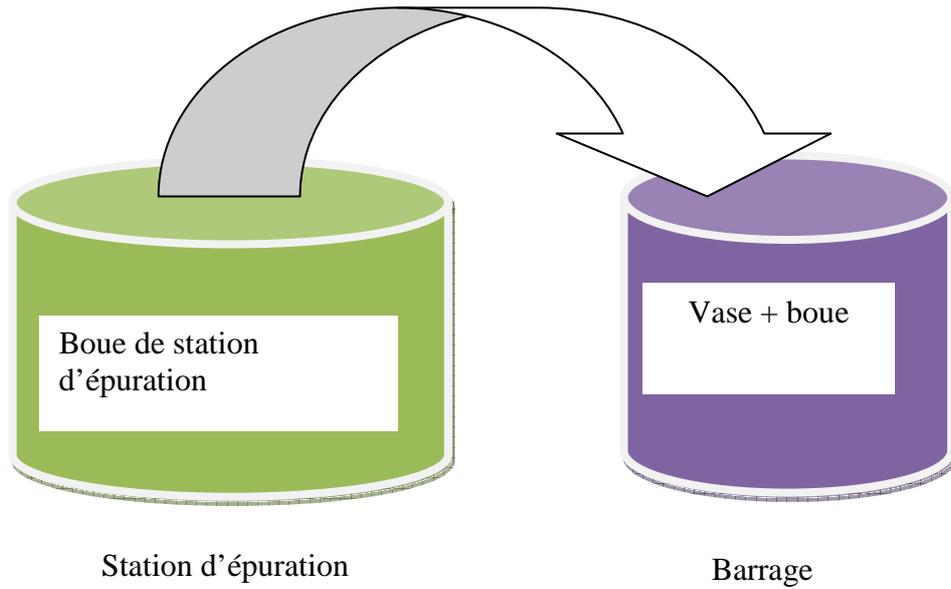
### V.2. Préparation des mélanges

L'effet de l'ajout de la boue résiduaire sur les propriétés rhéologiques de la vase a été étudié sur deux concentrations massiques en vase ( $C_m=40\%$  et  $45\%$ ). Le choix de ces concentrations répond aux critères suivants : être à un seuil d'écoulement fort et être au-dessous de la concentration massique critique déterminée dans le chapitre III ( $57\%$  de la vase). La vase et la boue initialement sous forme de poudre sont déshydratées dans une étuve pendant 24 heures à  $40^\circ\text{C}$ , puis broyées et passées au tamis de  $80\mu\text{m}$ .

La préparation des mélanges eau-vase-boue consiste à ajouter la boue sous forme de poudre à la vase, puis on ajoute un volume d'eau fixe (voir tableau V.1 et figure V.1). Les mélanges sont agités en continu pendant 24 heures à l'aide d'un agitateur magnétique. Ainsi, toutes les meures sont réalisées chaque 24 heures à température  $20^\circ\text{C}$ .

**Tableau V.1 : Préparation des concentrations massiques des mélanges (vase+boue).**

Concentration de la vase (%)	$M_v$ (g)	$M_{\text{eau}}$ (g)	$M_b$ (g)	$M_{\text{eau}}$ (g)	Concentration de la boue (%)
45	45	55	2,5	50	5
			5		9
			10		17
			15		23
40	40	60	7,5	50	13
			10		17
			12,5		20
			15		23

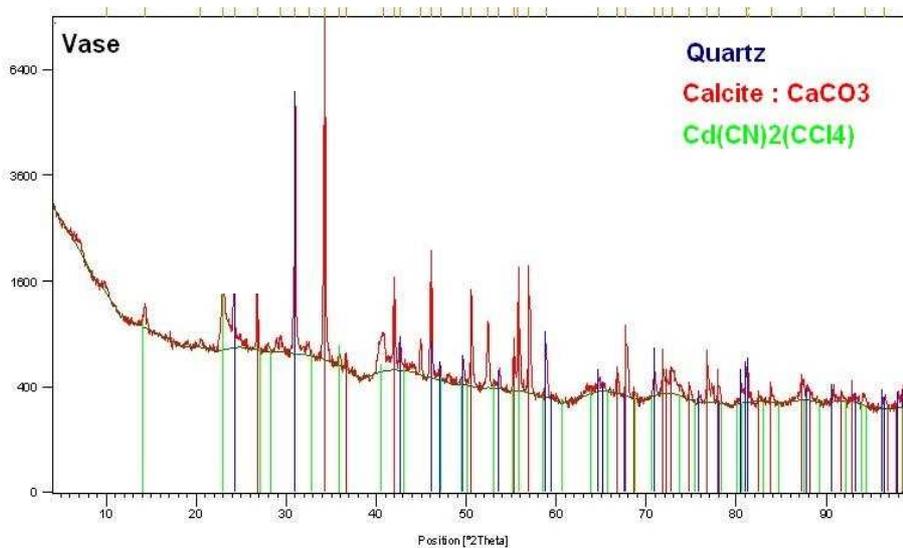


**Figure V.1 : Préparation des mélanges.**

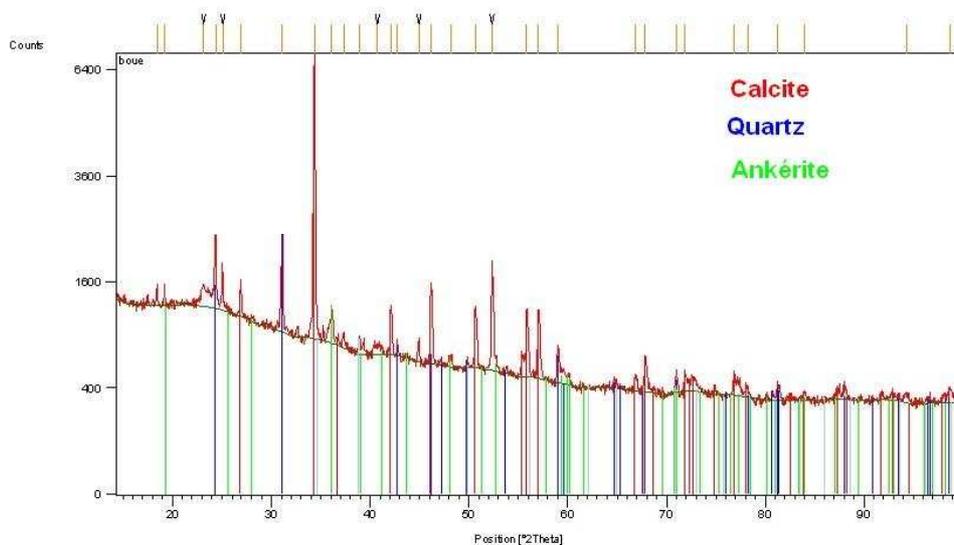
### V.3. Caractéristique chimique de la vase et de la boue

#### V.3.1. Diffractométrie X de la vase et de la boue

L'analyse minéralogique par DRX de la vase et de la boue est reportée sur les figures V.2 et V.3. Sur la figure V.2 on remarque que la vase est composée essentiellement, de la calcite, du quartz et en plus faible quantité des argiles (la kaolinite et l'illite). On observe sur la figure V.3 que la boue est composée essentiellement de calcite, du quartz et ankérite. D'après les figures on remarque que la vase riche en quartz par contre la boue riche en calcite.



**Figure V.2 : Diagramme de diffraction X de la vase.**

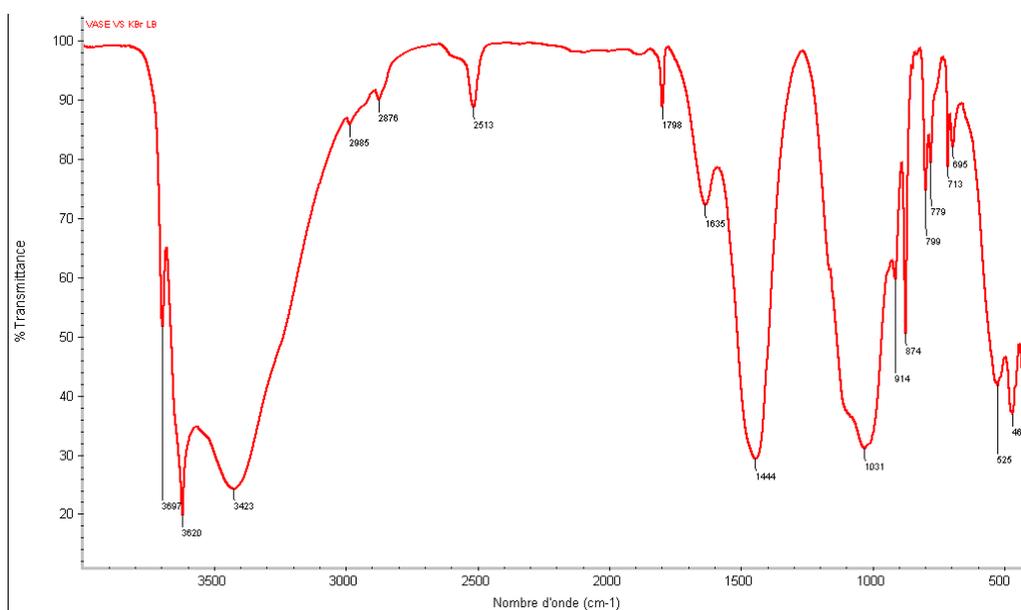


**Figure V.3 : Diagramme de diffraction X de la boue.**

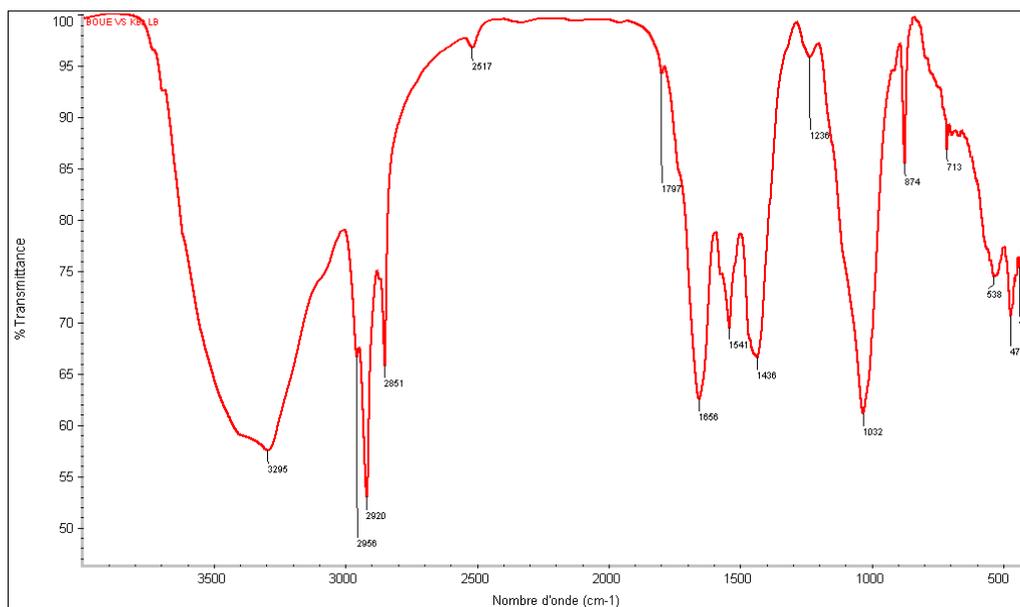
### V.3.2. Spectroscopie IR de la vase et de la boue

Les échantillons de vase et boue analysé grâce à la spectroscopie IR sont broyés avec du KBr anhydre puis transformés en pastilles translucides. Le KBr (qui contient les ions  $K^+$  et  $Br^-$ ) offre l'avantage de ne pas absorber dans la région spectrale des groupements fonctionnels dans le domaine de l'infrarouge.

Les figures V.4 et V.5 montrent les analyses de la vase et de la boue par spectroscopie infrarouge.



**Figure V.4 : Spectroscopie IR de la vase.**



**Figure V.5 : Spectroscopie IR de la boue.**

On observé sur la figure V.4, à  $3620\text{ cm}^{-1}$  un pic forte faible d'absorption est remarqué qui correspond aux vibrations de valence des groupements hydroxyle  $-\text{OH}$  de constitution du squelette silicate. Un pic d'absorption est observé à  $3423\text{ cm}^{-1}$  qui correspond quant à elle aux molécules d'eau absorbée entre les feuillets. A  $2985$  et  $2875$  deux pics d'absorption sont observés dues aux vibrations d'élongation du  $-\text{CH}_2$  et  $-\text{CH}_3$ . Pour  $2513\text{ cm}^{-1}$  et  $1798\text{ cm}^{-1}$  un fort pic d'absorption est remarqué ce pic correspond à la vibration du sommet  $-\text{C} = \text{O}$  (Douglas et al., 2000). Le pic d'absorption de  $1635\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration du sommet  $-\text{C} = \text{C}$ . Deux pics d'absorption à  $1444\text{ cm}^{-1}$  et  $1031\text{ cm}^{-1}$  provoqué par les vibrations des liassions  $\text{C} - \text{O} - \text{C}$ . Le pic d'absorption de  $914$  deus aux vibrations de valence  $-\text{C}-\text{O}$ . Pour la gamme  $874-469\text{ cm}^{-1}$  les pics sont causés par des cycles aromatiques.

On remarque sur la figure V.5 à  $2956\text{ cm}^{-1}$  un pic plus faible d'absorption est remarqué qui correspond aux vibrations de valence des groupements hydroxyle  $-\text{OH}$  de constitution du squelette silicate. Un pic d'absorption est observé à  $3295\text{ cm}^{-1}$  qui correspond quant à elle aux molécules d'eau absorbée entre les feuillets. A  $2956$  et  $2851$  deux pics d'absorption sont observés dues aux vibrations d'élongation du  $-\text{CH}_2$  et  $-\text{CH}_3$ . Pour  $2517\text{ cm}^{-1}$  et  $1797\text{ cm}^{-1}$  deux fort pics d'absorption est remarqué ces pics correspond à la vibration du sommet  $-\text{C} = \text{O}$ . Le pic d'absorption de  $1656\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration du sommet  $-\text{C} = \text{C}$  (Weidong et al., 2010). Deux pics d'absorption à  $1436\text{ cm}^{-1}$  et  $1236\text{ cm}^{-1}$  provoqué par les vibrations des liassions  $\text{C} -$

$O - C$ . Le pic d'absorption de  $1032\text{ cm}^{-1}$  deus aux vibrations de valence  $-C-O$ . Pour la gamme  $874-472\text{cm}^{-1}$  les pics sont causés par des cycles aromatiques (Chaala et al., 1996).

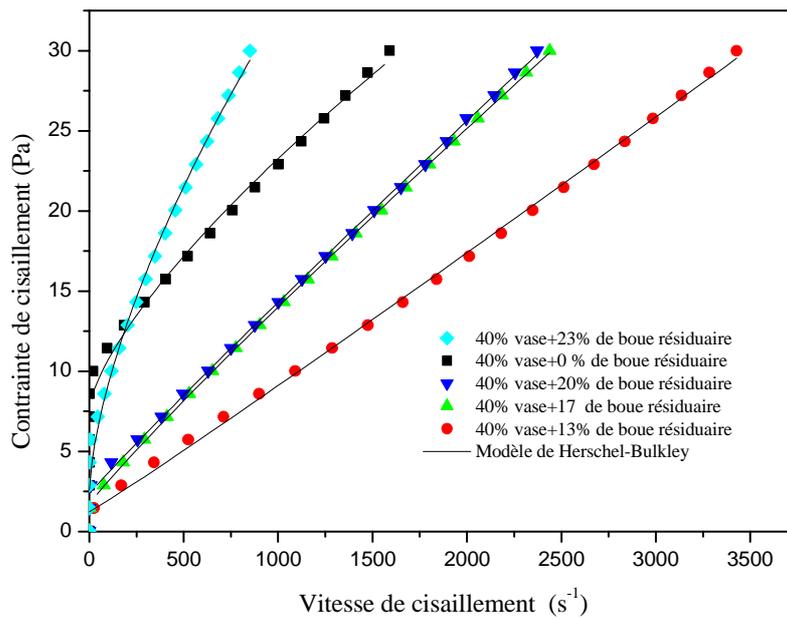
#### **V.4. Effet de l'ajout de la boue sur l'écoulement de la vase**

##### **V.4.1. Protocole expérimentale**

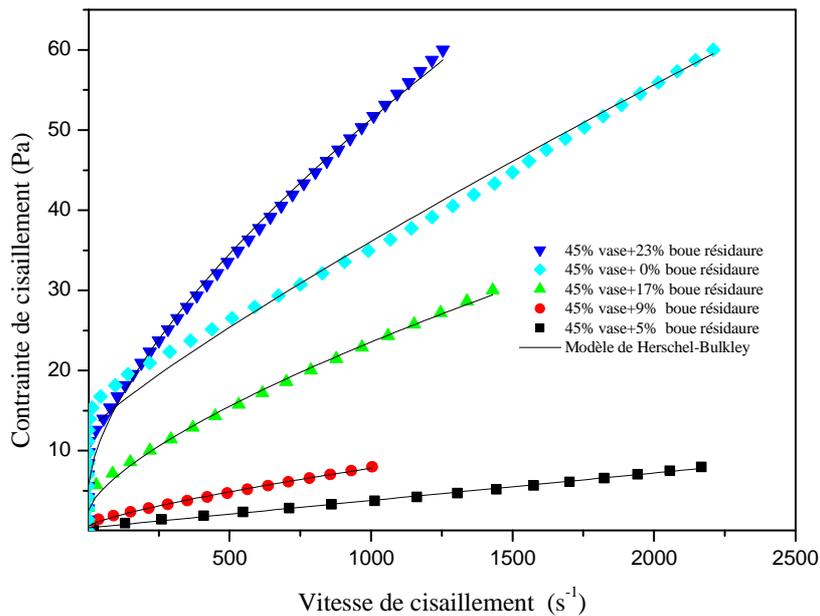
Les mélanges aqueux vase-boue sont pré-cisaillés à une vitesse  $30\text{ s}^{-1}$  pendant 60s puis laissées au repos dans la géométrie de mesure pendant 600s. Le choix de la vitesse de cisaillement, la durée de cisaillement et du temps de repos, ont été déterminés par les résultats d'étude de la thixotropie et de la restructuration de la vase (voir chapitre III). Une rampe de contrainte croissante est imposée à l'échantillon. Le protocole expérimental est donc le suivant :

- Pour une concentration de 45% en vase seule une rampe de contrainte de 0,03 Pa à 60 Pa est appliquée sur l'échantillon pendant 600 s ;
- Pour une concentration de 40 % en vase seule une rampe de contrainte de 0,03 Pa à 30 Pa est appliquée sur l'échantillon pendant 600s ;
- Pour le mélange 45% de vase et 5 et 9 % de boue une rampe de contrainte de 0,03 Pa à 8 Pa est appliquée sur l'échantillon durant 600 s ;
- Pour le mélange de 45% vase et 17 % boue une rampe de contrainte de 0,03 Pa à 30 Pa est appliquée sur l'échantillon durant 600s ;
- Pour le mélange de 45% vase et 23 % boue une rampe de contrainte de 0,03 Pa à 60 Pa est appliquée sur l'échantillon durant 600s.
- Pour le mélange de 40% vase et 13 %, 17 %, 20% et 23 % boue une rampe de contrainte de 0,03 Pa à 30 Pa est appliquée sur l'échantillon durant 600s.

Les figures V.6 et V.7 présentent l'évolution de la courbe d'écoulement de la vase et des mélanges vase-boue. On observe sur les figures pour les mélanges vase avec une concentration de boue résiduaire inférieure à 23% une diminution de la contrainte de cisaillement de la vase avec la vitesse de cisaillement. Le modèle de Herschel-Bulkley reproduit correctement le comportement rhéologique des mélanges.



**Figure V.6 : Courbes d'écoulement du mélange 40% vase+(13,17,20 et 23%) boue résiduaire.**



**Figure V.7 : Courbes d'écoulement du mélange 45% vase +(5,9,17 et 23%) boue résiduaire.**

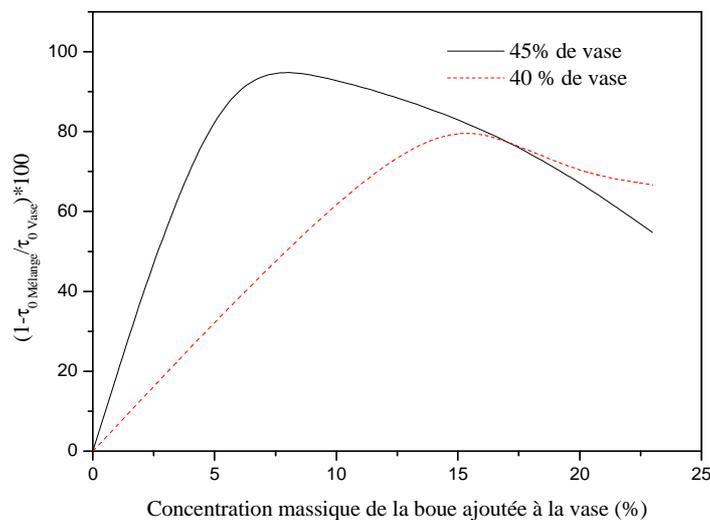
#### V.4.2.1 Effet de l'ajout de la boue résiduaire sur le seuil d'écoulement de la vase

L'efficacité de l'ajout de la boue sur le seuil d'écoulement de la vase a été appréciée analytiquement par le suivi du taux d'abattement du seuil d'écoulement de la vase  $\tau_0$ . Le calcul du taux d'abattement d'un paramètre Y, exprimé en pourcentage est basé sur la formule suivante :

$$Y = \left(1 - \frac{\tau_{0Mélange}}{\tau_{0Vase}}\right) \times 100 \quad (V.1)$$

avec  $\tau_{0Mélange}$  le seuil d'écoulement du mélange vase-boue et  $\tau_{0Vase}$ , le seuil d'écoulement de la vase .

La figure V.8 montre l'évolution de taux de diminution du seuil d'écoulement en fonction de la concentration massique de la boue résiduaire ajoutée à la vase de barrage. Les résultats obtenus montrent que le taux d'abattement optimal correspond à une concentration de 45% de la vase et pour une concentration massique de 7% en boue ajoutée à la vase est de 95% . Pour le mélange 40% de vase – boue on observe que le taux d'abattement optimal est et de 79% pour une concentration de la boue ajoutée à la vase égale à 17%. Finalement l'utilisation des boues résiduaire de station d'épuration dans l'opération de dragage hydrauliques des barrages facilite le transport des vases de barrage dans les conduites de pompages et la fluidification des vases de barrage. D'après (Jourad et al., 1995) on peut expliquer cette fluidification de la vase par la désorption des polymères organique présent dans les boues station d'épuration.

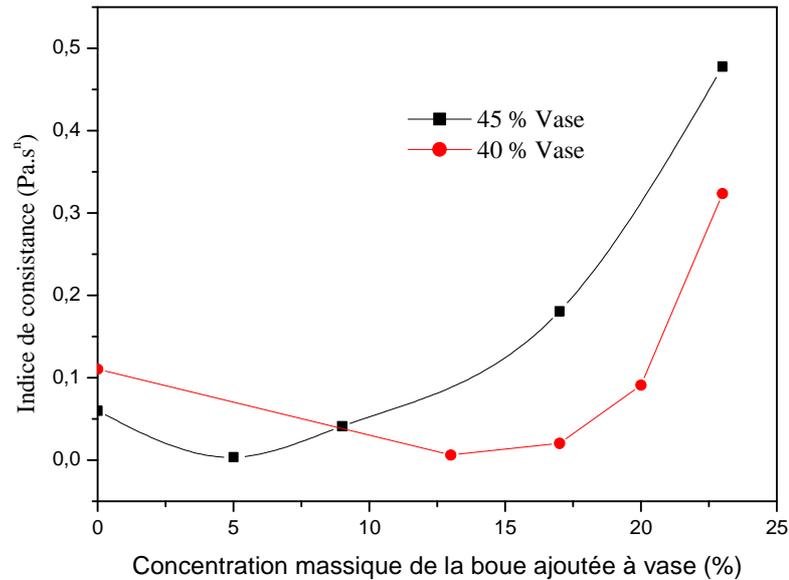


**Figure V.8 : Taux d'abattement du seuil d'écoulement en fonction de la concertation massique de la boue résiduaire ajoutée à la vase (45% et 40%).**

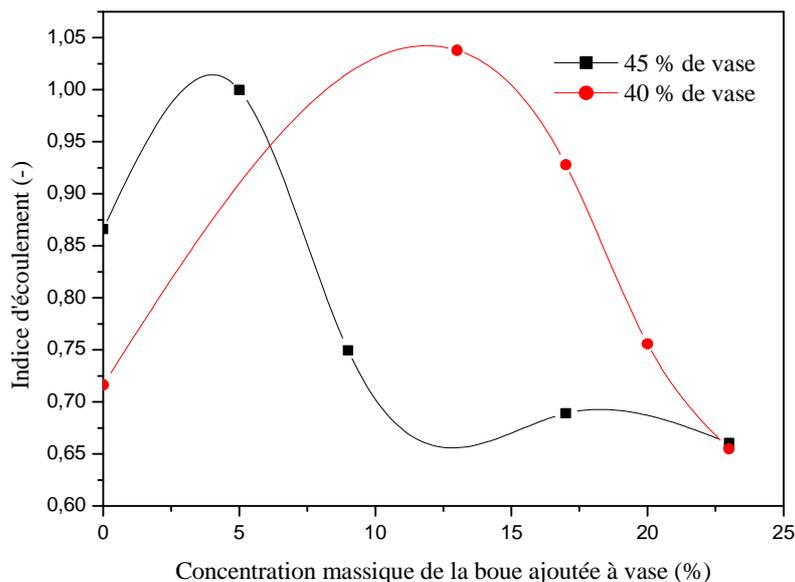
#### V.4.2.2. Effet de l'ajout de la boue sur l'indice de consistance et d'écoulement de la vase

Les figures V.9 et V.10 montrent l'évolution des indices de consistance et d'écoulement des mélanges vase-boue en fonction de la concentration massique. On

observe sur une diminution de l'indice de consistance en fonction de la concentration de la boue résiduaire ajoutée jusqu'à un minimum puis une augmentation de l'indice de consistance. De même l'indice d'écoulement passe par un maximum en fonction de la concentration de boue résiduaire ajoutée. Les valeurs des minima (Figure V.5) et des maxima (Figure V.6) sont très proches des valeurs des maxima du taux d'abattement du seuil d'écoulement.



**Figure V.9 : Evolution de l'indice de consistance en fonction de la concentration massique de la boue résiduaire ajoutée à la vase (45% et 40%)**



**Figure V.10: Evolution d'indice d'écoulement en fonction de la concentration massique de la boue résiduaire ajoutée à la vase (45% et 40%).**

## V.5. Essais de fluage

### V.5.1 Essai de fluage de la vase seule

Le comportement solide sous seuil et la transition solide-liquide ont été étudiés par des essais de fluage effectués à partir de l'état de référence, obtenu en pré-cisaillement le fluide à une vitesse de cisaillement de  $30 \text{ s}^{-1}$  pendant 60s et en le laissant au repos pendant 120s. Après le temps de repos on applique un palier de contrainte constante, pour les deux concentrations massiques en vase étudiées pendant un temps  $t=300$  secondes et en enregistrant l'évolution au cours du temps de la complaisance élastique pendant la phase de fluage, ou déformation par unité de contrainte,  $J(t) = \frac{\gamma(t)}{\tau}$ , à  $t=300$  s la contrainte est ramenée instantanément à zéro et on mesure la complaisance élastique pendant la phase de fluage de la recouvrance pendant un temps de 300 s.

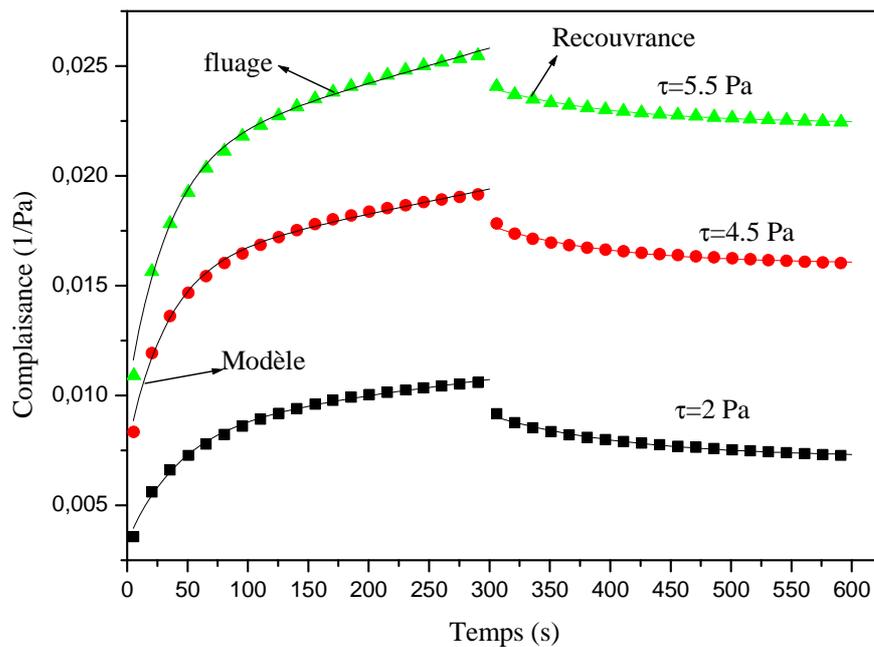
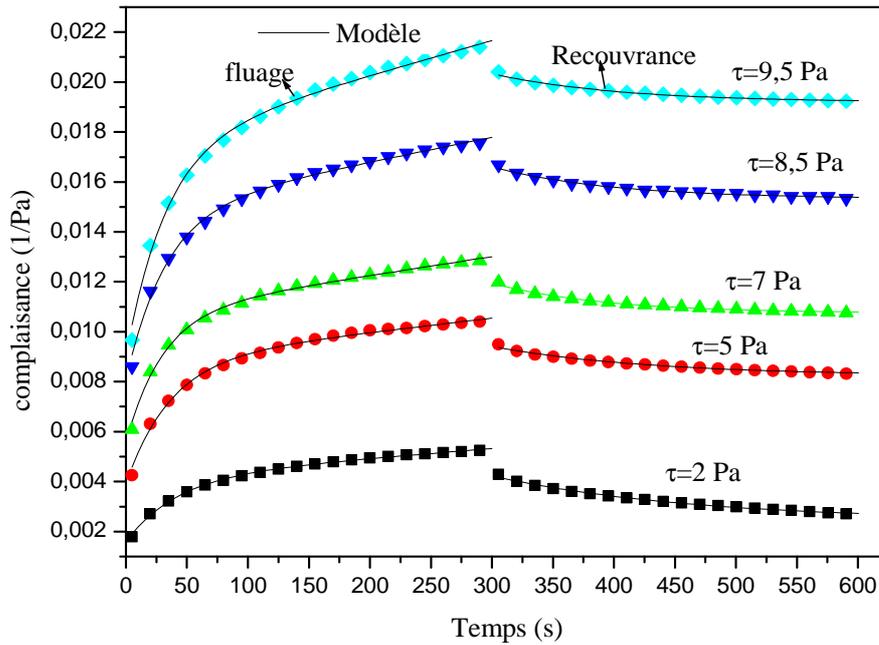


Figure V.11 : Courbe de fluage-recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement de la vase seule ( $C_m = 40\%$ ).



**Figure V.12 : Courbe de fluage-recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement de la vase seule ( $C_m = 45\%$ ).**

L'analyse des résultats obtenus montre qu'un modèle analogique de Kelvin-Voigt généralisé constitué par l'assemblage d'un liquide de Maxwell (amortisseur en série avec un ressort) et un certain nombre de solides de Kelvin-Voigt (amortisseur en parallèle avec un ressort) peut représenter de manière satisfaisante ce comportement viscoélastique de la vase. La complaisance pendant la phase de fluage de ce modèle s'écrit alors :

$$J_F(t) = J_0 + \sum_{i=1}^N J_i \left(1 - e^{-\frac{t}{\theta_i}}\right) + \frac{t}{\eta_0} \quad (V.2)$$

La complaisance pendant la phase de recouvrance est donnée par l'équation (V.3) :

$$J_R(t) = \frac{T_1}{\eta_0} + \sum_{i=1}^N J_i \left(e^{\frac{T_1}{\theta_i}} - 1\right) e^{-\frac{t}{\theta_i}} \quad (V.3)$$

avec  $\theta_i = J_i \eta_i$ ,  $i=1,2,\dots,N$  le temps de retard du  $i^{\text{eme}}$  solide de Kelvin-Voigt et  $N$  le nombre de solides de Kelvin-Voigt, (pour notre cas  $N=1$ ),  $J_0$  la complaisance élastique instantanée à  $t=0$ ,  $\eta_0$  la viscosité newtonienne correspondant au régime permanent et  $J_i$  complaisance élastique retardée du  $i^{\text{eme}}$  éléments de Kelvin-Voigt. Les lignes continues dans les figures 5.11 et 5.12 représentent l'ajustement des courbes de fluage-recouvrance par le modèle de Kelvin-Voigt. Les tableaux V.2 et V.3

résumé les valeurs des paramètres du modèle Kelvin-Voigt en fonction de contrainte appliquée sur la vase.

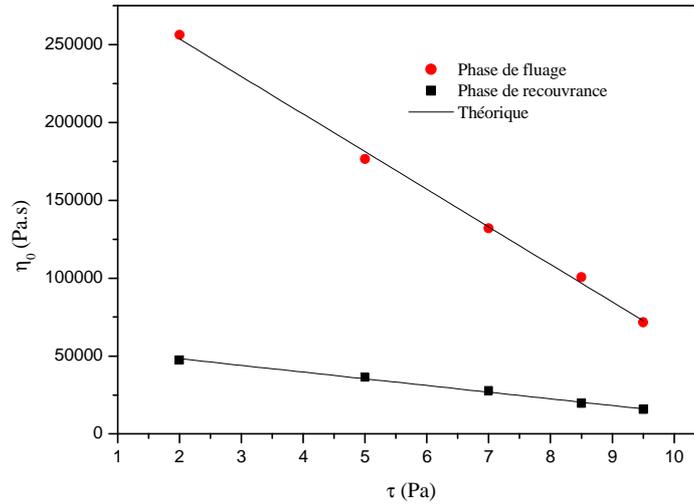
**Tableau V.2 : Paramètres du modèle Kelvin-Voigt  $c_m= 40\%$  en vase**

<b>Fluage</b>					
$\tau$ (Pa)	$J_0$ (1/Pa) $\times 10^3$	$J_1$ (1/Pa) $\times 10^3$	$\eta_0$ (Pa.s)	$\theta_1$ (s)	$R^2$ (-)
2	3,3 $\pm$ 0,1	5,3 $\pm$ 0,1	143750,6 $\pm$ 1,7	44,4 $\pm$ 1,9	0,997
4.5	7,5 $\pm$ 0,1	8,5 $\pm$ 0,1	89218,7 $\pm$ 1,3	33,6 $\pm$ 1,2	0,997
5.5	9,8 $\pm$ 0,2	11,3 $\pm$ 0,2	63216,6 $\pm$ 1,9	33,3 $\pm$ 1,1	0,997
<b>Recouvrance</b>					
$\tau$ (Pa)	$J_1$ (1/Pa)		$\eta_0$ (Pa.s)	$\theta_1$ (s)	$R^2$ (-)
2	2,1 $\pm$ 0,03		41810,3 $\pm$ 1	112,9 $\pm$ 1,3	0,993
4.5	1,8 $\pm$ 0,03		18758,3 $\pm$ 1,8	97,7 $\pm$ 1,2	0,997
5.5	1,7 $\pm$ 0,02		13399,9 $\pm$ 1,4	100,1 $\pm$ 1,2	0,994

**Tableau V.3 : Paramètres du modèle Kelvin-Voigt ,  $C_m= 45\%$  en vase.**

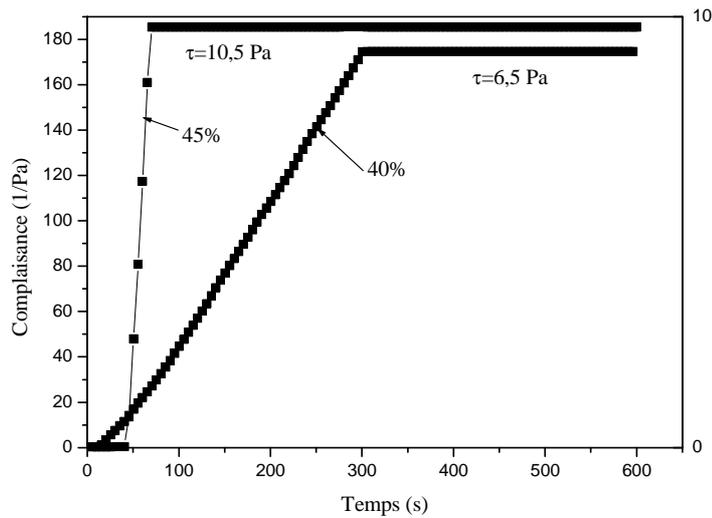
<b>Fluage</b>					
$\tau$ (Pa)	$J_0$ (1/Pa) $\times 10^3$	$J_1$ (1/Pa) $\times 10^3$	$\eta_0$ (Pa.s)	$\theta_1$ (s)	$R^2$ (-)
2	1,6 $\pm$ 0,03	2,6 $\pm$ 0,03	256349,2 $\pm$ 1,1	41,43 $\pm$ 1.18	0,997
5	3,9 $\pm$ 0,01	4,9 $\pm$ 0,1	176582 $\pm$ 1,8	36,12 $\pm$ 1,4	0,997
7	5,6 $\pm$ 0,1	5,2 $\pm$ 0,1	132099,6 $\pm$ 1,6	29,9 $\pm$ 1	0,997
8,5	8,1 $\pm$ 0,1	6,7 $\pm$ 0,1	100789,6 $\pm$ 1,4	32,3 $\pm$ 1.2	0,996
9,5	9 $\pm$ 0,1	8,5 $\pm$ 0,1	71674,5 $\pm$ 1,03	32,9 $\pm$ 1,3	0,998
<b>Recouvrance</b>					
$\tau$ (Pa)	$J_1$ (1/Pa) $\times 10^3$		$\eta_0$ (Pa.s)	$\theta_1$ (s)	$R^2$ (-)
2	2,13 $\pm$ 0,06		123083,8 $\pm$ 1,3	163,7 $\pm$ 1,4339	0,996
5	1,3 $\pm$ 0,03		36403,5 $\pm$ 1,4	126 $\pm$ 1,9	0,991
7	1,25 $\pm$ 0,1		27931,8 $\pm$ 1,9	93,7 $\pm$ 1,1	0,993
8,5	1,34 $\pm$ 0,02		19570,6 $\pm$ 1,7	98,6 $\pm$ 1,6	0,987
9,5	1,21 $\pm$ 0,02		15634,2 $\pm$ 1,7	104,7 $\pm$ 1,8	0,992

Sur les tableaux on observe l'augmentation de la contrainte accompagne une augmentation de la complaisance élastique instantanée ( $J_0$ ) ce qui signifie le passage du régime élastique au régime visqueux. En ce qui concerne la viscosité newtonienne l'augmentation de la contrainte provoque une diminution de la viscosité. La figure V.13 montre une diminution linéaire de la viscosité en fonction de la contrainte appliquée qui correspondent à un régime d'écoulement permanent.



**Figure V.13 : Evolution de la viscosité newtonienne en fonction de la contrainte pendant la phase de fluage et de recouvrance de la vase ( $C_m= 45\%$ ).**

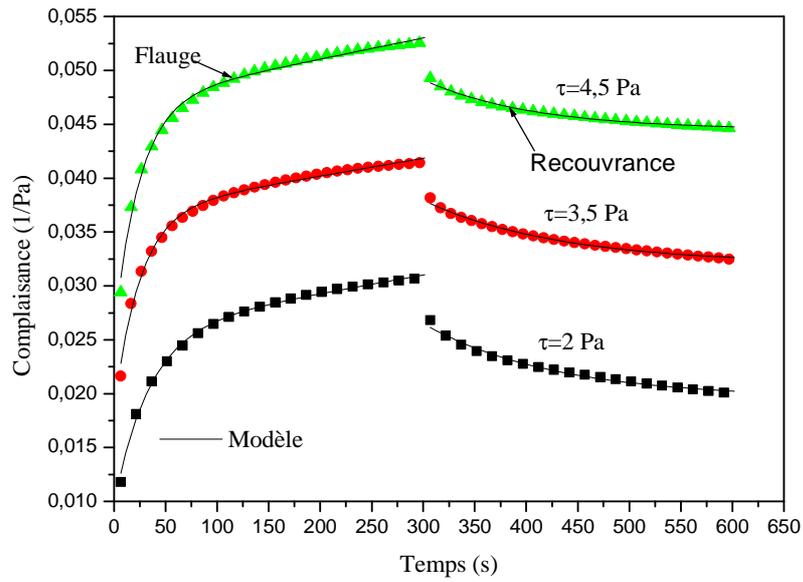
La figure V.14 montre l'évolution de la complaisance élastique et recouvrance en fonction du temps pour des contraintes supérieures au seuil d'écoulement. On remarque pour une la complaisance élastique varie linéairement en fonction du temps et la recouvrance ne dépend pas du temps pour une contrainte de 6,5 Pa applique sur la concentration de 40% et une contrainte de 10,5 Pa appliquée sur la concentration de 45%, vase se met en écoulement. Donc la contrainte de seuil situe entre 5,5 et 6,5 Pa pour une concentration de 40% en vase et entre 9,5 et 10,5 Pa pour une concentration de 45% en vase.



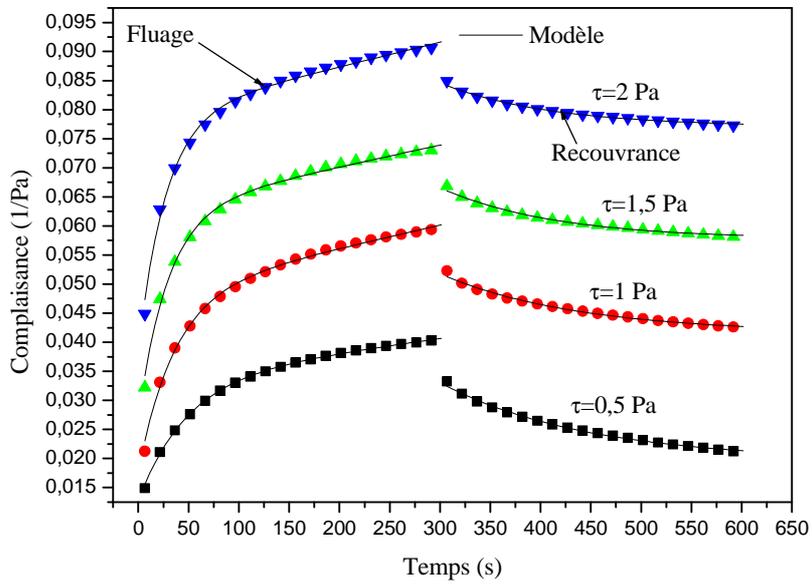
**Figure V.14 : Courbe de fluage-recouvrance en fonction du temps pour des contraintes supérieures au seuil d'écoulement de la vase ( $C_m = 40\%$  et  $45\%$ ).**

#### **V.5.2 Essai de fluage des mélanges vase-boue résiduaire**

Les figures V.15 et V.16 montrant l'évolution des courbes de fluages en fonction du temps pour différents contraintes appliquées sur les mélanges 45% vase-17 et 23% boue résiduaire. L'analyse des résultats obtenus montre qu'un modèle analogique de Kelvin-Voigt généralisé (Equations V.2 et V.3) peut représenter de manière satisfaisante ce comportement viscoélastique des mélanges vase de barrage-boue de station d'épuration. Les lignes continues dans les figures V.15 et V.16 représentent l'ajustement des courbes de fluage-recouvrance par le modèle de Kelvin-Voigt. Les tableaux V.4 et V.5 résumés les valeurs des paramètres du modèle Kelvin-Voigt en fonction de contrainte appliquée les mélanges vase-boue résiduaire.



**Figure V.15 : Courbe de fluage-recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement du mélange 45% vase -23% boue.**



**Figure V.16 : Courbes de fluage-recouvrance en fonction du temps pour des contraintes inférieures au seuil d'écoulement du mélange 45% vase -17% boue résiduaire.**

**Tableau V.4 : Paramètres du modèle Kelvin-Voigt, 45% vase -17% boue résiduaire.**

<b>Fluage</b>					
$\tau$ (Pa)	$J_0$ (1/Pa) $\times 10^3$	$J_1$ (1/Pa) $\times 10^3$	$\eta_0$ (Pa.s)	$\theta_1$ (s)	$R^2$ (-)
0,5	1,28±0,1	2,08±0,1	42253,4±0,5	47,7±0,8	0,999
1	1,78±0,4	3,04±0,4	26468,8±0,91	35,9±0,2	0,997
1,5	2,7±0,6	3,55±0,5	25208,4±0,	29,3±0,9	0,996
2	3,85±0,8	4,03±0,7	23600,6±0,7	27,2±0,9	0,996
<b>Recouvrance</b>					
$\tau$ (Pa)	$J_1$ (1/Pa) $\times 10^3$		$\eta_0$ (Pa.s)	$\theta_1$ (s)	$R^2$ (-)
0,5	1,53±0,0002		15248,7±0,7	145,2±0,5	0,997
1	1,14±0,2		7211,7±0,5	136,8±0,1	0,991
1,5	0,95±0,1		5194,7±0,03	112,3±0,6	0,992
2	0,81±0,1		3894,8±0,7	109,04±0,19	0,993

**Tableau V.5 : Paramètres du modèle Kelvin-Voigt, 45% vase -23% boue résiduaire.**

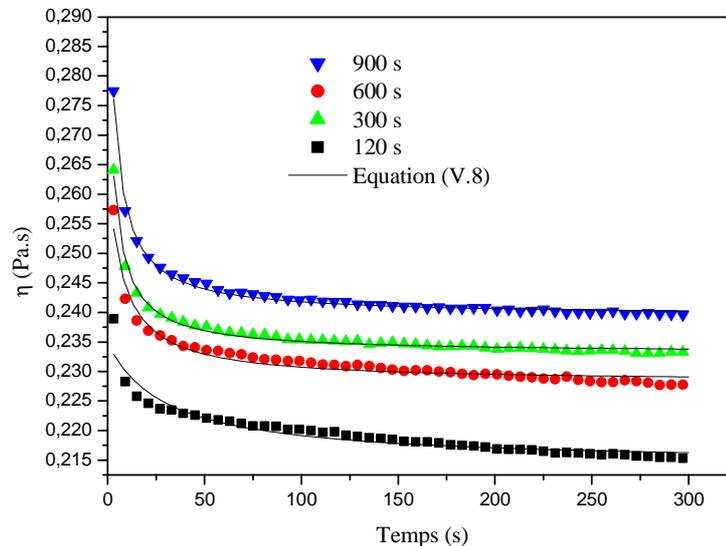
<b>Fluage</b>					
$\tau$ (Pa)	$J_0$ (1/Pa) $\times 10^3$	$J_1$ (1/Pa) $\times 10^3$	$\eta_0$ (Pa.s)	$\theta_1$ (s)	$R^2$ (-)
2	9,7±0,2	16,2±0,2	60628±0,9	34,3±0,01	0,996
3,5	18,3±0,03	8,5±0,1	58913±0,6	25,1±0,9	0,995
4,5	25,7±0,5	2,14±0,4	51013,7±0,4	24,7±0,9	0,994
<b>Recouvrance</b>					
$\tau$ (Pa)	$J_1$ (1/Pa) $\times 10^3$		$\eta_0$ (Pa.s)	$\theta_1$ (s)	$R^2$ (-)
2	7,6±0,0001		15299,6±0,02	125,9±0,1	0,990
3,5	6,6±0,0001		9362,4096±0,8	131,2±0,08	0,997
4,5	4,9±0,00007		6742,5±0,7	106,6±0,25	0,991

Sur les tableaux on observe que l'augmentation de la contrainte accompagne une augmentation de la complaisance élastique instantanée ( $J_0$ ) ce qui signifie le passage du régime élastique au régime visqueux. En ce qui concerne la viscosité newtonienne l'augmentation de la contrainte provoque une diminution de la viscosité.

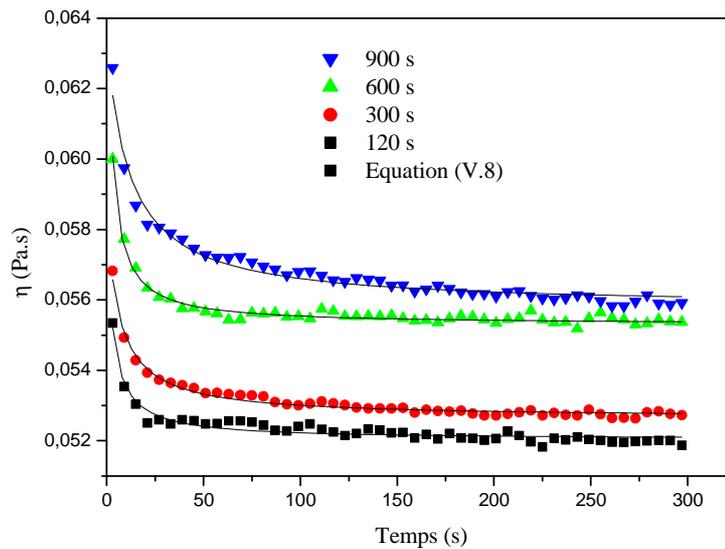
### V.6. Evolution de la viscosité apparente sous une vitesse de cisaillement constante

Après différents temps de repos sous la géométrie de mesure, le mélange a été cisailé sous une vitesse de cisaillement constante  $25 \text{ s}^{-1}$ . Pour chaque temps de repos on change le prélèvement.

Les figures V.17 et V.18 montrent l'évolution de la viscosité apparente en fonction du temps de cisaillement pour différents temps de repos de mélange 45% vase-9% et 17% boue résiduaire.



**Figure V.17 : Evolution de la viscosité apparente du mélange 45% vase - 9% boue résiduaire en fonction de temps pour différents temps de repos  $\dot{\gamma} = 25 \text{ s}^{-1}$ .**



**Figure V.18 : Evolution de la viscosité apparente du mélange 45% vase - 17% boue en fonction de temps pour différents temps de repos  $\dot{\gamma} = 25s^{-1}$**

### V.6.1. Modélisation du comportement dépanadant du temps des mélanges

Le comportement thixotropique des mélanges vases-boues en fonction du temps de repos sous une vitesse de cisaillement constante peut être modélisé en utilisant le modèle structurel de la cinétique (SKM) qui a été employé avec succès pour des suspensions des matériaux minéraux (Nguyen et Boger, 1985) et sur les pâtes d'amidon (Nguyen et al., 1998).

Le modèle structurel de la cinétique suppose que la variation dans le comportement rhéologique soit associée au cisaillement la restructuration de la structure interne dans le matériau. L'analogie avec les réactions chimiques peuvent être utilisée pour exprimer le processus de dégradation structurelle comme suit **Etat structuré** → **Etat déstructuré**.

Le taux de restructuration d'un tel matériau pendant la durée de cisaillement dépendant de la cinétique de réaction. Le modèle suppose la structure des mélanges se décompilasse de façon irréversible sous l'effet de cisaillement. Les résultats de la thixotropie à vitesse de cisaillement constante et en écoulement doit prouver cette hypothèse. L'état structuré de la thixotropie à tout instant  $t$  et sous une vitesse de cisaillement appliquée  $\dot{\gamma}$ , peut être représenté par un paramètre de structure:

$$\lambda = \lambda(t, \dot{\gamma}) \quad (V.4)$$

Ce paramètre de structure est défini comme suit :

$$\lambda(t, \dot{\gamma}) = \frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} \quad (\text{V.5})$$

avec  $\eta_0$  la viscosité apparente initiale du matériau à  $t=0$  (Etat du matériau complètement structuré) , et  $\eta_\infty$  la viscosité apparente d'équilibre à  $t \rightarrow \infty$  (état déstructuré du matériau). La viscosité apparente initiale et d'équilibre dépendent de la vitesse de cisaillement et du temps de repos.

Le paramètre de structure varie entre une valeur initiale  $\lambda=1$ , au début du cisaillement où le matériau est complètement structuré jusqu'une valeur d'équilibre  $\lambda_e < 1$  où le matériau est complètement déstructuré.

Le taux de restructuration est donne par :

$$-\frac{d\lambda}{dt} = K_2(\lambda - \lambda_\infty)^m \quad (\text{V.6})$$

où  $k_2$  est une fonction de la vitesse de cisaillement que l'on peut déterminer expérimentalement,  $k_2$  est considérée comme une mesure du taux de déstructuration, c'est à dire du degré de thixotropie du fluide. L'intégration de l'équation (V.6) entre  $t = 0$  et  $t$  à une vitesse de cisaillement constante donne :

$$(\lambda - \lambda_\infty)^{1-m} = (m - 1)K_2 t + 1 \quad (\text{V.7})$$

Subitement l'équation (V.5) dans l'équation (V.7) on obtient :

$$\left[ \frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} \right]^{1-m} = (m - 1)K_2 t + 1 \quad (\text{V.8})$$

Avec  $m$  est l'ordre du modèle

Nous appliquons maintenant le modèle structurel de la cinétique sur les données expérimentales en utilisant l'équation V.8 avec  $m=2$ . Nous pouvons voir sur les figures V.12 et V.13 un très bon accord entre le modèle thixotrope et les données expérimentales. Le constant de vitesse,  $K_2$  peut être considérée comme le taux de restructuration du mélange (le degré de la thixotropie). D'autre côté le rapport entre la viscosité initial et la viscosité d'équilibre  $\frac{\eta_\infty}{\eta_0}$  peut être considéré comme la restructuration relative. Le tableau V.6 représente les valeurs de  $K_2$  et  $\frac{\eta_\infty}{\eta_0}$  des mélanges vase-boue pour différents temps de repos et vitesse de cisaillement constante ( $25 \text{ s}^{-1}$ ) appliquée sur les mélanges. Comme le montre le tableau V.6 le taux de restauration  $K_2$  des mélanges augmente avec l'augmentation du temps de repos des mélanges.

**Tableau V.6 : Valeurs de  $K_2$  et  $\frac{\eta_\infty}{\eta_0}$  des mélanges vase-boue résiduaire pour différents temps de repos.**

Mélange	Temps de repos (s)	$K_2$ ( $s^{-1}$ )	$\eta_0$ (Pa.s)	$\eta_\infty$ (Pa.s)	$\frac{\eta_\infty}{\eta_0}$	$R^2$
45% vase - 9% boue	120	0,3020	0,0581	0,0520	0,91335	0,97
	300	0,1468	0,0583	0,0526	0,86309	0,98
	600	0,44233	0,0601	0,0553	0,8122	0,97
	900	0,8269	0,0634	0,0558	0,78115	0,97
45% vase - 17% boue	120	0,03273	0,23473	0,21439	0,89501	0,97
	300	0,1331	0,2644	0,2282	0,90223	0,98
	600	0,2667	0,2870	0,2331	0,92013	0,99
	900	0,2782	0,3066	0,2395	0,88013	0,99

### V.7. Conclusion

Les résultats expérimentale des mélanges vase-boue montrent que le taux d'abattement optimal correspond à une concentration de 45% de la vase et pour une concentration massique de 7% en boue ajoutée à la vase est de 95% . Pour le mélange 40% de vase – boue on observe que le taux d'abattement optimal est et de 79% pour une concentration de la boue ajoutée à la vase égale à 17%. Finalement l'utilisation des boues de station d'épuration dans l'opération de dragage des barrages facilite le transport des vases de barrage dans les conduites de pompages et la fluidification des vases de barrage.

### Références bibliographiques

- Chaala A., Christian R., Ait-Kadi A. Rheological properties of bitumen modified with pyrolytic carbon black. *Fuel* , 1996, (75) : 1575-1583.
- Douglas B. M., Viktor N, Anya K., John T., Yates J., Liu J., Smalley R. E. Infrared spectral evidence for the Etching of Carbon Nanotubes: Ozone Oxidation at 298 K. *J. Am. Chem. Soc.*, 2000, (122) : 2383-2384.
- Jorand F., Zartarian F., Thomas F., Block J.C., Bottero J.Y., Villemin G., Urbain V., Manem, J. Chemical and structural (2D) linkage between bacteria within activated sludge flocs. *Water Research*, 1995, (29): 1639-1647.
- Nguyen Q. D., Boger D. V. Thixotropic behavior of concentrated bauxite residue suspensions. *Rheologic Acta*, 1985, (24): 427–437.
- Nguyen Q. D., Jensen C. T. B., Kristensen P. G. Experimental and modelling studies of the flow properties of maize and waxy starch pastes. *Chemical Engineering Journal*, 1989,( 70): 165–171.
- Weidong L., Weifeng L., Haifeng L. Effects of sewage sludge on rheological characteristics of coal–water slurry. *Fuel* , 2010, (89) :2505–2510.

## Conclusion générale et perspectives

L'objectif de ce travail était double. Il s'agissait d'une part de proposer des solutions aux traitements de boues des stations d'épuration qui présentent des risques environnementaux, écologiques, sociaux et économiques, et d'autre part d'étudier le comportement rhéologique des vases obtenues par dévasement hydraulique des barrages afin d'en diminuer les pertes de charge lors de leur transport.

Dans un premier temps nous avons étudié les traitements physicochimiques tels que le traitement thermique, le traitement par addition de peroxyde d'hydrogène  $H_2O_2$ , le traitement par la chaux et le couplage entre les trois traitements (thermique- $H_2O_2$ - chaux). Nous avons montré que ces trois traitements et leur couplage permettent de réduire la demande chimique en oxygène (DCO), le rapport matières volatiles en suspension sur matières en suspensions et d'augmenter le pH avec une efficacité plus importante pour le traitement thermique (79,3 %) avec ensuite le traitement par la chaux (68%) et enfin le traitement par  $H_2O_2$  (45%). Cependant le traitement par la chaux est le plus rentable et le moins coûteux pour les applications industrielles.

Après avoir déterminé les conditions optimales de préparation, nous avons mis en évidence une solidification de la vase en fonction du temps d'agitation. Les courbes d'écoulement pour des concentrations massiques comprises entre 30 % et 49 % en particules solides ont été analysées avec le modèle de Herschel-Bulkley à trois paramètres (contrainte seuil, indice de consistance et indice de rhéofluidification). La divergence de la viscosité apparente à vitesse de cisaillement fixe en fonction de la concentration massique est bien décrite par le modèle de Krieger-Dougherty. En renormalisant les courbes d'écoulement par des contraintes et des vitesses de cisaillement adimensionnelles, nous avons obtenu une courbe maîtresse à partir de laquelle on peut en déduire la contrainte de cisaillement en connaissant la contrainte seuil initiale à une concentration donnée et la viscosité apparente.

Pour des faibles vitesses de cisaillement ( $\dot{\gamma} < 50 \text{ s}^{-1}$ ) à la température de 20°C, le comportement thixotrope observé a été analysé en introduisant un paramètre structurel dépendant du temps dans le modèle simple de Herschel-Bulkley. Des temps de restructuration de l'ordre de 1000 s caractérisent le comportement de la vase.

Pour les fortes vitesses de cisaillement ( $\dot{\gamma} > 50 \text{ s}^{-1}$ ) nous avons mis en évidence un comportement anti-thixotrope qui sera à éviter lors du pompage des vases afin de faciliter leur l'écoulement.

En ce qui concerne les propriétés rhéologiques des boues de station d'épuration, l'étude a montré que pour des concentrations massiques en boue supérieures à 20 % où la boue devient une pâte, les courbes d'écoulement sont décomposées en trois zones:

- La première est une zone non cisailée, caractérisée par un seuil d'écoulement  $\tau_0$ , qui définit le passage entre le régime solide et le régime liquide. Ce comportement peut être lié à la composition chimique de la boue et à l'énergie attractive entre les particules. Cette zone s'étend jusqu'aux vitesses de cisaillement inférieures à environ quelques  $s^{-1}$  pour des concentrations comprises entre 25 % et 38% mesurées juste après la fin du seuil d'écoulement.

- La seconde zone se présente comme un palier où la contrainte de cisaillement varie peu. Dans cette zone, la déformation non linéaire est de moins en moins négligeable par rapport à la déformation linéaire, jusqu'à ce qu'on atteigne la troisième zone.

- Dans la troisième zone on observe un comportement de type plastique.

L'étude de la dépendance en température d'une boue activée de station d'épuration a mis en évidence une diminution du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique (Bingham) avec l'augmentation de la température de 5°C à 50°C facilitant ainsi le transport des boues dans les conduites des stations de pompage.

La viscosité apparente d'une boue résiduelle décroît très rapidement avec le temps et la vitesse de cisaillement et tend vers une valeur d'équilibre. Comme pour les vases, le comportement thixotrope est bien décrit par un paramètre structurel dépendant du temps.

Nous avons enfin pu déterminer les conditions optimales pour diminuer la viscosité des mélanges vases-boues. Nos résultats expérimentaux ont clairement montré que la contrainte seuil peut être diminuée de 15% pour une concentration massique de 7% en boue ajoutée à la vase de concentration massique 45% et de 21% pour une addition de 17% de boue à une vase de concentration de 40%.

L'ensemble des résultats de cette thèse concerne les propriétés mécaniques à l'échelle macroscopique des boues de station d'épuration, des vases de barrage et de leurs mélanges. Ils pourraient être complétés par une analyse chimique des différents matériaux afin d'approfondir la relation du comportement macroscopique avec la microstructure. De même des techniques de diffusion de rayonnement et/ou de résonance magnétique nucléaire permettraient d'obtenir des résultats complémentaires à l'échelle locale.