

UNIVERSITE DE LIMOGES
ECOLE DOCTORALE Science – Technologie – Santé
FACULTE des Sciences et Techniques

Année : 2003

Thèse N° 28-2003

Thèse

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES

Discipline : Chimie et Microbiologie de l'Eau

présentée et soutenue par

Nicolas TIXIER

le 26 septembre 2003

**APPROCHE DES PROPRIETES
RHEOLOGIQUES DE SUSPENSIONS BIOLOGIQUES
FLOCULEES**

Directeurs de thèse : Pr Michel BAUDU

Dr Gilles GUIBAUD

JURY

Président M. DUCHENE P., Directeur de recherche, CEMAGREF Antony

Rapporteurs M. LENS P., Directeur de recherche, Université de Wageningen
M. ROCHE N., Professeur, Université de Aix- Marseille III

Examineurs M. BAUDU M., Professeur, Université de Limoges
M. GUIBAUD G., Maître de Conférences, Université de Limoges
M. DAGOT C., Maître de Conférences, Université de Limoges

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été réalisé au Laboratoire des Sciences de l'Eau et de l'Environnement (LSEE), il a pu être mené à bien grâce au support financier de la région Limousin. Il a été dirigé par le Professeur Michel Baudu et par le Docteur Gilles Guibaud.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur le Professeur Michel Baudu, Directeur du LSEE pour la confiance qu'il m'a accordé en m'accueillant au sein de son laboratoire, pour les conseils qu'il m'a prodigué tout au long de la réalisation de ces travaux de thèse, tout en me laissant suffisamment de latitude dans la conduite de mon travail.

Je tiens aussi à remercier vivement Monsieur Gilles Guibaud pour sa permanente disponibilité, la pertinence et la qualité de ses conseils et avis sur les travaux que j'ai pu mener.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur le Professeur Roche et Monsieur le Directeur de recherche Piet Lens qui m'ont fait l'honneur d'accepter d'être rapporteurs de ces travaux et à Messieurs Duchène, qui a accepté d'être Président du jury de thèse, ainsi qu'à Monsieur Dagot, examinateur lors de la présentation de ces travaux.

Je remercie également l'ensemble du personnel du laboratoire (étudiants, enseignants, chercheurs, techniciens, secrétaires) que j'ai pu côtoyer durant ces quatre années passées au Laboratoire pour leur bonne humeur et leurs compétences.

SOMMAIRE

INTRODUCTION	7
PARTIE A : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	10
CH I - BOUES ACTIVEES : BIOFLOCCULATION ET STRUCTURE DES FLOCS. ..	11
I Structure et organisation des flocs.	11
I.1 Répartition granulométrique des flocs.	12
I.2 Modes de détermination de la structure des flocs.	14
I.2.1 Dimensions fractales.	14
I.2.2 Porosité et masse volumique.	16
I.3 Mécanismes d'agrégation.	17
I.4 Conclusion sur la structure des flocs.	19
II Biofloculation et physico-chimie des flocs.	19
II.1 Rôle des polymères exocellulaires.	19
II.2 Rôle des cations.	21
II.3 Rôle des propriétés de surface.	22
II.4 Conclusion sur la biofloculation.	24
III Principaux modes de croissance des flocs en bassin d'aération de boues activées.	24
III.1 Croissance floculée.	24
III.2 Croissance dispersée.	25
III.3 Croissance filamenteuse.	25
IV Conclusion sur la floculation et la structure des flocs.	26
CH II - RHEOLOGIE : PARTIE THEORIQUE.	28
I Notion de mouvement laminaire de cisaillement.	28
I.1 Définition.	28
I.2 Contrainte de cisaillement.	28
I.3 Déformation et vitesse de cisaillement.	29
I.4 Equation d'état.	31
II Mode de mesure et typologie de l'écoulement.	31
II.1 Mesures en cisaillement simple.	32
II.1.1 Mise en oeuvre des mesures.	32
I.1.2 Typologie de l'écoulement.	34
I.1.2.1 Fluides à contrainte critique.	34
I.1.2.2 Fluides sans contrainte critique.	36
I.1.2.3 Fluides thixotropes.	37
II.2 Mesures en mode dynamique : détermination de la viscoélasticité.	39
II.2.1 Viscoélasticité linéaire.	39
II.2.2 Paramètres complexes.	41
CH III - RHEOLOGIE DES BOUES	43
I Appareillages de mesures employés.	43
I.1 Rhéomètre rotationnel à co-cylindres.	43
I.2 Rhéomètres capillaires.	44
I.3 Rhéoréacteurs.	45
II Comportement rhéologique de la boue.	45
II.1 Comportement rhéofluidifiant.	45

II.2 Comportement plastique.....	46
II.3 Comportement thixotrope.....	47
II.4 Comportement viscoélastique.....	48
III Facteurs influençant la rhéologie des boues.....	51
III.1 La teneur en matière solide.....	51
III.2 La température.....	52
IV Relation entre le comportement rhéologique de la boue et la physico-chimie des floccs.....	52
IV.1 Charge de surface.....	52
IV.2 Structure des floccs.....	53
V Utilisation pratique de la rhéologie des boues.....	54
V.1 Détermination de schémas de pompage, dimensionnement.....	54
V.2 Stockage, épandage, transport.....	54
V.3 Optimisation de procédés de traitement.....	55
V.3.1 Utilisation d'indicateurs de qualité en boues activées.....	55
V.3.2 Conditionnement des boues.....	56
VI Conclusions sur les propriétés rhéologiques des boues.....	57
VII Conclusion générale sur la synthèse bibliographique.....	58

PARTIE B : MATERIELS, MODES DE CARACTERISATION ET DE CONDITIONNEMENT DES BOUES..... 59

I Conditionnement des boues.....	60
I.1 Prélèvement des boues activées.....	60
I.2 Réacteurs discontinus.....	61
I.3 Réacteurs dynamiques.....	61
II Caractérisation des boues activées.....	62
II.1 Détermination des caractéristiques physico-chimiques.....	62
II.1.1 Teneurs en matières en suspension (MES) et en matière volatile en suspension (MVS).....	62
II.1.2 Paramètres caractérisant la sédimentation des boues.....	62
II.1.2.1 Indice de boue (SVI).....	62
II.1.2.2 Vitesse de sédimentation initiale (ZSV).....	62
II.1.2.3 Flux de sédimentation initial (Fo).....	63
II.1.3 pH-métrie, conductivité.....	63
II.1.4 Temps de succion capillaire.....	63
II.1.5 Zétamétrie.....	64
II.1.6 Turbidimétrie.....	64
II.2 Détermination de la teneur en sucres.....	64
II.3 Observation par microscopie optique des floccs de boues activées.....	65
II.4 Détermination des incertitudes de mesures.....	65
III Mesures rhéologiques.....	65
III.1 Mode de mesure employé.....	65
III.2 Caractéristiques techniques du rhéomètre.....	66
III.2.1 Appareillage.....	66
III.2.2 Logiciel d'acquisition et de traitement des données.....	67
III.3 Conditions d'échantillonnage.....	67

PARTIE C : PARTIE EXPERIMENTALE..... 68

CH I - PROPRIETES RHEOLOGIQUES DE BOUES ACTIVEES.....	69
I Partie expérimentale.....	69
I.1 Gamme de vitesse de cisaillement exploitable.....	69
I.2 Conditionnement des boues.....	70
I.2.1 Boues filamenteuses.....	70

I.2.2 Digestion aérobie.....	70
II Présentation des protocoles de mesure utilisés.....	70
II.1 Rhéogramme type de boues activées.....	70
II.2 Exploitation selon les paramètres viscosité infinie (μ_{∞}) et contrainte infinie (τ_{∞}).....	72
II.3 Détermination de la viscosité à l'équilibre (μ_{eq}).....	73
II.4 Discussion sur l'utilisation de la viscosité ou de la contrainte de cisaillement comme paramètre rhéologique caractéristique des boues.....	74
II.5 Particularité des rhéogrammes de boues présentant un foisonnement de bactéries filamenteuses.....	76
II.5.1 Rhéogramme type.....	76
II.5.2 Présentation du protocole de mesure et du paramètre rhéologique exploité.....	77
II.5.4 Variation de rHa avec les MES.....	81
II.5.5 Origine de la spécificité des rhéogrammes.....	82
III Influence des MES sur les paramètres μ_{∞} et τ_{∞}.....	85
III.1 Variation de la viscosité limite (μ_{∞}).....	85
III.2 Variation de la contrainte de cisaillement limite (τ_{∞}).....	87
IV Influence de la nature des boues sur le paramètre μ_{∞}.....	88
IV.1 Boues activées d'origines différentes.....	88
IV.2 Digestion aérobie.....	90
V Conclusion sur les paramètres rhéologiques utilisés pour la caractérisation des boues activées.....	91

CH II - INFLUENCE DE LA VARIATION DU pH ET DE LA FORCE IONIQUE SUR LES PARAMETRES RHEOLOGIQUES DE BOUES ACTIVEES..... 92

I Partie expérimentale.....	92
I.1 Mode d'échantillonnage.....	92
I.2 Mode opératoire.....	92
I.3 Paramètres utilisés pour la description des propriétés des boues activées.....	93
II Résultats.....	93
II.1 Principales caractéristiques des boues activées.....	93
II.2 Influence du pH.....	95
II.2.1 Variation du potentiel zéta et de μ_{eq}	95
II.2.2 Variation de la turbidité du surnageant et du CST.....	98
II.3 Influence de l'ajout de cations.....	100
III Discussion.....	102
III.1 Effet du pH.....	102
III.2 Effet de l'ajout de cations.....	104
IV Conclusion sur l'influence de la variation de pH et de force ionique sur la viscosité de la boue.....	105

CH III - SENSIBILITES DES MESURES RHEOLOGIQUES A DES FACTEURS DE DESTRUCTURATION DES FLOCS..... 106

I Partie expérimentale.....	106
I.1 Chloration.....	106
I.2 Métaux lourds.....	107
I.3 EDTA.....	107
II Effet de la chloration.....	107
II.1 Boues saines.....	107
II.2 Boues filamenteuses.....	109
II.3 Conclusion sur l'impact de la chloration sur les paramètres rhéologiques.....	110
III Influence de l'apport de métaux lourds sur la rhéologie des boues.....	111
III.1 A pH constant.....	111
III.2 Effet du pH.....	112
III.3 Conclusions sur l'influence de métaux lourds sur la rhéologie des boues.....	113

IV Effet de l'EDTA sur μ_{eq}	114
V Conclusions sur l'influence de facteurs déstructurant sur la rhéologie des boues activées	115

CH IV - APPLICATION DES PROPRIETES THIXOTROPES A LA DETECTION DE BULKING FILAMENTEUX - COMPARAISON AVEC LES PARAMETRES DECRIVANT LA DECANTABILITE DES BOUES ACTIVEES..... 116

I Partie expérimentale	116
I.1 Echantillonnage, conditionnement.....	116
I.2 Modes de caractérisation des boues.....	116
II Suivi rhéologique du développement de plusieurs bulkings	117
II.1 Résultats expérimentaux.....	117
II.2 Interprétation des résultats.....	118
II.3 Comparaison avec des paramètres représentatifs des bulkings filamenteux.....	120
II.2.1 Comparaison avec la quantification des filaments selon la méthode d'Eikelboom.....	121
II.2.2 Comparaison avec la teneur en sucre des floes de boue.....	122
III Comparaison de l'évolution de rHa avec les indices de décantation lors du développement de bulkings filamenteux	123
III.1 Caractéristiques initiales des échantillons de boues activées.....	124
III.2 Comparaison rHa-SVI.....	124
III.3 Comparaison rHa-Fo.....	126
III.4 Conclusions sur la comparaison rHa - SVI/Fo.....	128
IV Détermination de rHa pour la prévision des propriétés de décantation des boues activées	128
IV.1 Présentation de l'évolution de deux bulkings à travers l'évolution de rHa.....	129
IV.2 Evolution de ZSV en fonction de rHa et de la MES.....	130
IV.2.1 Echantillon A _{F6}	130
IV.2.2 Echantillon B _{F6}	131
IV.2.3 Discussion.....	133
IV.3 Evolution de rHa avec ZSV pour six boues d'origine différentes.....	133
V Conclusions sur l'utilisation de rHa	135

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES..... **137**

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES..... **142**

NOMENCLATURE..... **156**

LISTE DES FIGURES..... **157**

LISTE DES TABLEAUX..... **159**

LISTE DES TRAVAUX PUBLIES..... **160**

INTRODUCTION

Le traitement des eaux usées par boues activées est le procédé biologique le plus communément utilisé, le bon fonctionnement de ce type de procédé est conditionné en large partie par l'aptitude à la séparation entre la boue et l'eau traitée (Jenkins *et al.* 1986). Même si une approche microbiologique des phénomènes de floculation est primordiale dans la conduite du procédé de traitement des eaux par boues activées, elle s'avère insuffisante pour caractériser de façon complète les propriétés des boues. Ainsi, la détermination des caractéristiques physiques des floccs fournit des informations complémentaires revêtant une grande importance dans la compréhension des phénomènes hydrodynamiques régissant la séparation entre l'effluent et l'eau traitée (Andreadakis 1993). Ces deux approches sont étroitement liées et leur considération conjointe semble indispensable pour témoigner de l'état de floculation des boues.

L'étude de la structure des floccs et la modélisation des phénomènes de floculation permettent de mieux appréhender le comportement physique des floccs et peuvent par conséquent fournir des données intéressantes quant à la qualité de la boue. Les techniques utilisées pour cette caractérisation demeurent des techniques de laboratoire assez lourdes, leur mise en œuvre peut se révéler délicate. Il est de surcroît difficile d'intégrer tous les paramètres jouant un rôle dans la construction des floccs pour modéliser ou décrire leur structure. De plus, outre des phénomènes purement physiques impliqués dans le processus de floculation, la composition biochimique des floccs et la variation des conditions environnantes du milieu dans lequel ils évoluent jouent un rôle prépondérant dans leur constitution et s'expriment à travers la notion de biofloculation.

Pour un même procédé de traitement, la multitude de paramètres physico-chimiques susceptibles de varier et d'avoir une influence sur l'état de floculation des boues activées rend difficile la maîtrise continue d'une floculation optimale des boues activées. La définition de techniques de mesures et de paramètres permettant de fournir des informations instantanées sur la qualité des boues peut donc se révéler utile dans la mesure où elles sont sensibles à des variations de conditions environnementales.

Cette étude se propose d'évaluer le potentiel d'informations délivré par des mesures rhéologiques en vue de la caractérisation de suspensions de boues activées, elle se décompose en trois parties.

La première partie (partie A) consiste en une synthèse bibliographique, les trois chapitres la composant présentent pour le premier, des éléments concernant la composition et la structure des floccs de boues activées, le second est dédié à la présentation d'éléments théoriques sur la rhéologie et le dernier propose une synthèse de la littérature concernant spécifiquement la rhéologie des boues.

La seconde partie (partie B) s'attache à présenter les matériels et méthodes utilisés pour caractériser les échantillons de boues activées ainsi que les modes de caractérisation et de conditionnement des boues.

La troisième partie (partie C) est composée de quatre chapitres, elle présente les résultats obtenus au cours des diverses expérimentations menées au cours de cette étude.

Le premier chapitre présente les principales caractéristiques rhéologiques d'échantillons de boues activées et détermine les paramètres qui seront employés au cours de l'étude. Il traite en outre de l'influence de la teneur en matière solide sur les paramètres rhéologiques et de certaines spécificités rhéologiques liées à la nature de la boue.

Le second chapitre consiste en une étude de l'influence de la variation des conditions physico-chimiques de suspensions de boues activées (pH et force ionique) sur leur comportement rhéologique.

Le troisième chapitre traite de la sensibilité de la rhéologie vis-à-vis de facteurs de déstructuration des floccs tels des ajouts de chlore, de métaux lourds ou d'EDTA.

Le dernier chapitre est consacré à l'étude du comportement rhéologique de boues activées présentant un foisonnement filamenteux, il établit notamment une comparaison entre l'évolution des indices de décantabilité des boues et l'évolution du paramètre rhéologique les caractérisant.

En conclusion, une synthèse des résultats obtenus sera présentée, en insistant sur les paramètres dont l'utilisation semble la plus à même de fournir des indications pertinentes quant à la caractérisation de l'état de floculation des boues et faciliter l'exploitation des bassins de boues activées.

**PARTIE A : SYNTHÈSE
BIBLIOGRAPHIQUE**

La structure des floccs détermine les propriétés des boues. La description des mécanismes intervenant dans les phénomènes de floculation ainsi que les modèles descriptifs de la structure des floccs présentent donc un fort intérêt dans l'optique d'une meilleure appréhension de leurs propriétés. La caractérisation de ces propriétés passe nécessairement par la détermination de paramètres expérimentaux. Les mesures rhéologiques s'inscrivent dans ce cadre, elles permettent de caractériser les propriétés physiques des boues en écoulement.

CH I - BOUES ACTIVEES : BIOFLOCCULATION ET STRUCTURE DES FLOCCS.

Le traitement des eaux usées par boues activées repose en grande partie sur l'aptitude à la séparation entre la biomasse et l'eau épurée dans le décanteur secondaire. Toutefois, dans ce système biphasique, la phase solide présente une forte complexité que ce soit du point de vue physique ou biologique et sa caractérisation fait l'objet de nombreuses études.

La partie bibliographique qui suit s'attache à présenter les principales théories descriptives de la structure des floccs de boues activées ainsi que les principaux paramètres physico-chimiques impliqués dans leur constitution. Cette synthèse s'achève par une description des modes de croissance des floccs, en relation avec leur structure, rencontrés en traitement par boues activées.

I Structure et organisation des floccs.

Les floccs de boues présentent une structure peu dense et hétérogène, ils décantent naturellement. Ils résultent de l'agrégation de différents constituants présents dans la liqueur mixte : des microorganismes (bactéries essentiellement, protozoaires...), des particules inorganiques (silicates, oxydes ferriques, phosphate de calcium...), des polymères exocellulaires et des cations multivalents (Urbain *et al.* 1993). A pH neutre, ils présentent une charge globale négative et résultent d'interactions complexes entre les différents composants. L'aptitude à la séparation entre la biomasse et l'effluent traité dépend fortement des propriétés physiques des floccs.

I.1 Répartition granulométrique des floes.

Si les diverses études menées sur la granulométrie des floes s'accordent pour les décrire comme des entités dont la taille varie de 1 à 1000 μm , elles divergent quant aux résultats obtenus concernant leur répartition granulométrique. Celle-ci résulte d'un état d'équilibre complexe entre la formation, la transformation et la rupture d'agrégats microbiologiques. Elle est susceptible de varier sur une large gamme, en fonction des conditions opératoires appliquées aux boues (Li et Ganczarczyk 1993 ; Barbusinski et Koscielniak 1995 ; Spicer et Pratsinis 1996). Li et Ganczarczyk (1991) montrent que la fraction granulométrique la plus intéressante à caractériser est celle supérieure à 10 μm qui constitue la majeure partie du volume des boues activées même si les floes de diamètres inférieurs sont plus nombreux. Pour les floes de faibles tailles, ils proposent une loi de type puissance (équation (1)) pour modéliser la répartition granulométrique en nombre.

$$f(x) = \alpha x^{-\beta} \quad \text{équation (1)}$$

dans laquelle $f(x)$ est la fonction donnant la loi de densité de probabilité de la taille des floes, " α " et " β " sont les paramètres définissant la distribution de la taille des floes. Le paramètre α peut être interprété comme un facteur relatif au nombre total de floes dans un volume donné de liqueur mixte et le paramètre β comme un facteur relatif au nombre de floes dans chaque classe de taille. Pour des floes de taille plus élevée ($> 10 \mu\text{m}$), ces mêmes auteurs proposent une fonction log-normale (équation (2)) pour décrire leur répartition granulométrique en nombre.

$$f(x) = \frac{1}{x \cdot \sigma_{\ln x} \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{1}{2\sigma_{\ln x}^2} \cdot (\ln x - \mu_{\ln x})^2\right) \quad \text{équation (2)}$$

avec " $\mu_{\ln x}$ " la moyenne logarithmique de la taille d'un floe, " x " la taille caractéristique d'un floe et " $\sigma_{\ln x}$ " l'écart type logarithmique de la taille d'un floe.

Snidaro *et al.* (1997) utilisent également une loi log-normale pour décrire la distribution de la taille des particules de boues, ils précisent que la distribution est asymétrique et décalée vers les plus faibles valeurs de taille de floes (diamètre moyen représentatif : 125 μm). Après

30 secondes de sonication à 50 W, les floccs sont dispersés et les classes de taille dominantes deviennent alors 13 μm et 2,5 μm .

Li et Ganczarzyk (1993) étudient l'influence de la variation des conditions opératoires sur la répartition granulométrique des floccs, ils mettent en évidence que le niveau de turbulence présent dans les bassins de boues activées ne détermine pas nécessairement le degré de dispersion des floccs et que statistiquement, la charge organique des boues est le facteur jouant le plus grand rôle dans la détermination de l'occurrence des particules primaires ($< 2\mu\text{m}$). Biggs et Lant (2000) montrent que sous l'effet de l'agitation, la taille moyenne des floccs augmente jusqu'à atteindre un équilibre entre le rythme d'agrégation et de rupture des floccs. Ils étudient ensuite l'effet du cisaillement sur la granulométrie des floccs à partir de l'état d'équilibre, les changements de taille des floccs alors engendrés suivent une loi puissance décroissante avec l'augmentation du cisaillement.

Barbusinski et Koscielniak (1995), utilisant une technique microscopique, ont montré que des changements bidirectionnels dans la valeur de la charge organique appliquée induisaient une forte variation de la taille des floccs dans la gamme 10-900 μm . Ils décrivent la répartition des floccs également par l'équation (2). De surcroît, ces auteurs montrent que la variation de la taille moyenne logarithmique des floccs est proportionnelle à la charge organique appliquée pour peu qu'un délai suffisant soit considéré pour prendre en compte l'inertie des processus biochimiques et physiques.

Jiwani *et al.* (1997) montrent que pour des temps de séjour hydraulique inférieurs à 10 heures et des âges de boues inférieurs à 8 jours, la présence de fines particules en forte proportion est observée. Une augmentation du temps de séjour hydraulique et de l'âge de boue favorisent grandement l'augmentation de la taille moyenne des floccs.

Wilén et Balmer (1999) étudient l'influence de la teneur en oxygène dissous sur la granulométrie des floccs, ils utilisent un compteur Malvern pour déterminer la granulométrie des floccs par diffraction laser. Ils proposent eux aussi une fonction log-normale analogue à celle présentée dans l'équation (2) pour décrire la répartition granulométrique des floccs sur la gamme 12-1128 μm . Ces auteurs ne trouvent pas de corrélation claire entre la teneur en oxygène dissous et la taille moyenne des floccs mais par contre, une tendance à l'augmentation de leur taille moyenne concomitante à l'augmentation de la teneur en oxygène dissous est observée.

Chaignon *et al.* (2002), à l'aide d'un compteur Malvern étudient la variation de la distribution de la taille des floccs dans la gamme 1,2-600 μm en réponse à l'application de

conditions variables d'agitation et de dilution. Ils proposent pour leur part un modèle défini par l'équation (3) pour décrire la distribution de la taille des floccs.

$$y = kx^a \cdot e^{-bx} \quad \text{équation (3)}$$

avec "k", "a" et "b" qui sont des constantes, "y" est le volume des particules et "x" leur diamètre.

Ils montrent de surcroît qu'un état stationnaire est atteint pour la taille des floccs dans des conditions d'agitation fixées, cet état d'équilibre évolue vers une augmentation de leur taille avec l'augmentation de la concentration en boues. Ils mettent par ailleurs en évidence que la taille des floccs est régie par un équilibre entre flocculation et déflocculation et que cet équilibre implique des échanges entre les agrégats microbiens constituant les floccs de boues.

La caractérisation des boues activées par la taille des floccs ou par leur répartition granulométrique permet l'obtention d'informations pour la description de la structure des floccs. Elle demeure toutefois délicate à mettre en oeuvre du fait de la grande hétérogénéité du matériau et de l'irrégularité de la géométrie des floccs. Leur forme variable peut en effet poser des problèmes dans la détermination des propriétés physiques des boues. Pour exemple, les volumes de particules sont fréquemment déterminés à l'aide du plus grand diamètre (diamètre de Feret) mais il ne correspond pas au diamètre déterminé à l'aide de nombreuses techniques de mesures granulométriques (Jackson *et al.* 1995).

I.2 Modes de détermination de la structure des floccs.

I.2.1 Dimensions fractales.

De nombreux auteurs ont proposé qu'un flocc de boue puisse être considéré comme un agrégat de particules primaires hautement poreux possédant des propriétés fractales (Li et Ganczarzyk 1989 ; Jiang et Logan 1991 ; Wu *et al.* 2002).

Li et Ganczarzyk (1990) confirment la structure fractale des floccs en examinant la morphologie de floccs découpés par sections. Zartarian *et al.* (1997) démontrent la géométrie fractale des floccs de boues activées en utilisant une méthode tri-dimensionnelle de reconstruction des floccs.

Un objet fractal est caractérisé par la dimension fractale "D" qui correspond à la capacité d'un objet à remplir l'espace. La masse "M" d'un objet fractal de dimension "D" est proportionnel à son diamètre "d_f" selon l'équation (4).

$$M \sim d_f^D \quad \text{équation (4)}$$

Pour la description de matériaux quelconques, D prend des valeurs comprises entre 1 et 3. Les agrégats générés dans les procédés de traitement des eaux usées (aérobies et anaérobies) ont des dimensions fractales D comprises dans la gamme 1,4-2,8 (Li et Ganczarczyk, 1989). Plus la valeur de ce nombre est faible, plus le volume de la structure contient d'espaces vides.

Ganczarczyk (1995), pour des boues activées, trouve des valeurs de D comprises dans la gamme 2,3-2,5.

Le même principe peut être appliqué à la description non plus du volume des floccs mais à leur surface, le nombre fractal D devient alors le nombre fractal de surface. Logan et Wilkinson (1991), pour des floccs de cultures de *Zooglea Ramigera*, trouvent un nombre fractal de surface compris entre 1,65 et 1,89.

Snidaro *et al.* (1997) prouvent que pour les plus petits agrégats de boues activées (13 µm), le nombre fractal de volume est proche de 3, une agrégation par division cellulaire expliquerait cette forte compacité.

Bellouti *et al.* (1997) sur des granules de boues de digestion, montrent que la dimension fractale de surface dépend significativement de la taille des particules. Entre 0 et 700 µm, il augmente linéairement de 1,84 à 1,96 avec la taille des particules et il reste constant ensuite pour des tailles supérieures. Ceci traduit des propriétés hydrodynamiques différentes des plus jeunes granules qui peuvent être reliées à des propriétés de surface particulières.

Wu *et al.* (2000, 2002) distinguent plusieurs niveaux de dimensions fractales pour décrire la constitution des floccs : (i) les particules primaires qui ont la plus faible porosité et sont résistantes au cisaillement, (ii) les microflocs qui ont une taille de l'ordre de 10 µm, (iii) les floccs formés par l'agrégation de microflocs, qui présentent une structure plus poreuse.

Le potentiel d'information délivré par la détermination des dimensions fractales des floccs commence à être utilisé dans divers domaines. Zahid et Ganczarczyk (1994), à l'aide des dimensions fractales de surface, distinguent deux types de pores dans des biofilms en fonction de leur âge. Jing *et al.* (1998) montrent que l'addition de polymères cationiques à de la boue entraîne une diminution du nombre fractal D de 2,2 à 1,7-1,8. Wu *et al.* (2002) montrent que suite à l'addition de polyélectrolytes à de la boue, le nombre fractal D passe par un minimum pour la dose optimale ajoutée.

La détermination des dimensions fractales des floccs permet de mieux appréhender le mode de croissance des floccs, la description de la porosité de ces agrégats constitue une notion complémentaire permettant la caractérisation de la structure des floccs.

1.2.2 Porosité et masse volumique.

Les floccs de boues comprennent de nombreux espaces lacunaires de tailles variables à travers lesquels l'eau peut circuler. Ces espaces jouent un double rôle, d'une part, ils permettent une capacité interne de transfert de l'eau, des nutriments et des gaz dissous, d'autre part, ils sont à l'origine de propriétés physiques propres aux floccs comme la sédimentabilité ou la compressibilité (Li et Ganczarckzyk 1988). La porosité quantifie cet espace entre les floccs, elle dépend fortement de leur structure et par conséquent de leur mode de croissance. La détermination de la porosité demeure délicate à établir du fait de la fragilité des floccs. Les méthodes les plus souvent utilisées sont la centrifugation isopycniqque (Dammel et Schroeder 1991), la microscopie à interférence (Andreadakis, 1993) ou bien les tests de sédimentation libre (Li et Ganczarckzyk 1987 ; Li et Ganczarckzyk 1990 ; Wu *et al.* 2000).

Dammel et Schroeder (1991) trouvent des valeurs de densité comprises entre 1,02 et 1,06 g.cm⁻³ pour divers échantillons de boues activées. Andreadakis (1993) trouve une masse volumique des floccs (ρ'_f) comprise entre 1,015 et 1,034 g.cm⁻³. Il montre que la masse volumique effective de ces floccs ($\rho_f = \rho'_f - 1$) dépend du diamètre des floccs (D_f) à travers la relation : $\rho_f = 1 + 0,3.D_f^{-0,82}$. La porosité des floccs (ε) s'exprime alors par la relation : $\varepsilon = \frac{\rho_s - \rho_f}{\rho_s - \rho_l}$ avec ρ_s la masse volumique globale des boues (1,034 g.cm⁻³ d'après Smith et Coakley 1984), et ρ_l celle du liquide.

Li et Ganczarckzyk (1987) estiment la masse volumique (ρ_f) à l'aide de la loi de Stokes en fonction des vitesses de sédimentation libres déterminées. La porosité des floccs augmente fortement entre 0 et 200 μm pour atteindre près de 95% du volume des floccs, au-delà, la valeur n'évolue plus guère.

La porosité des boues est fonction de celle des floccs et donc des particules primaires les composant (Wu *et al.* 2000). Les bactéries filamenteuses présentes dans les floccs de boues peuvent être considérées comme des particules primaires, leur prolifération augmente

fortement la porosité des floccs et peut causer des problèmes de sédimentation, du fait d'une faible masse volumique.

I.3 Mécanismes d'agrégation.

Magara *et al.* (1976) estiment que les floccs biologiques sont 3 à 6 fois plus cohésifs que les floccs d'alumine. Les mécanismes mis en jeu lors de l'agrégation sont de diverses natures.

La floculation est le mécanisme par lequel des particules en suspensions s'agrègent suite à leur déstabilisation. De nombreux facteurs physico-chimiques sont impliqués dans ce mécanisme. La description des modèles de floculation effectuée dans cette section s'attachera essentiellement à présenter la floculation d'un point de vue interactions physiques entre particules, les phénomènes biochimiques intervenant étant présentés dans le chapitre suivant. Les représentations mathématiques du processus de floculation font intervenir deux phénomènes distincts, le transport des particules qui conduit à leur collision et les forces d'interaction à faible distance qui permettent l'agrégation. La phase de transport des particules qui génère des collisions se produit grâce à des variations locales de vitesse existant entre le fluide et les particules. Thomas *et al.* (1999) les séparent en trois catégories : (i) la floculation péricinétique due au mouvement Brownien, (ii) la floculation orthocinétique due à des gradients de vitesses imposés par l'agitation, (iii) la sédimentation différentielle des particules.

La considération conjointe de ces deux concepts conduit à exprimer l'expression mathématique d'un taux de floculation entre des particules de taille i et j (équation 4) :

$$\text{taux de floculation} = \frac{d_n}{d_t} = \frac{1}{2} \alpha \beta(i,j) n_i n_j \quad \text{équation (4)}$$

Avec " α " l'efficacité de la collision, " $\beta(i,j)$ " la fréquence de collision entre les particules de taille " i " et " j " et " n_i " et " n_j " sont les concentrations en particules de tailles i et j .

α est fonction du degré de déstabilisation des particules et prend des valeurs de 0 à 1, cette valeur représente le pourcentage de collisions entraînant l'agrégation de particules. $\beta(i,j)$ est fonction du mode de floculation, elle quantifie l'efficacité du transport des particules générant des collisions dans le fluide. Les valeurs de ces paramètres dépendent bien évidemment d'un

grand nombre de facteurs allant de la nature des particules à la nature de l'écoulement prévalant durant la floculation.

L'équation de Smoluchowski (1917), équation (5) (d'après Thomas *et al.* 1999) a été à la base de nombreux modèles descriptifs de la floculation.

$$\frac{dn_k}{dt} = \frac{1}{2} \sum_{i+j=k} \beta(i, j) n_i n_j - \sum_{i=1}^{\infty} \beta(i, k) n_i n_k \quad \text{équation (5)}$$

Cette équation décrit le taux variation du nombre de particules de taille k. Le premier terme de l'équation définit l'augmentation de la taille des particules k par floculation de deux particules dont le volume total vaut celui de k, le second terme décrit la perte de particules de taille k en raison de son agrégation avec d'autres particules de taille différentes. Le facteur 1/2 permet de s'assurer qu'une même collision n'est pas comptée deux fois. Toutefois, la détermination et la résolution d'un tel système nécessite certaines hypothèses simplificatrices. Ainsi, avec une telle équation, le paramètre α est considéré comme valant 1, le mouvement du fluide est considéré comme laminaire, les particules sont monodispersées ...

La théorie de Schmoluchowski a vu des développements apparaître, notamment la prise en compte des forces agissant à courte distance comme les forces d'origine électrostatique, les forces de Van der Waals (théorie DLVO, Derjaguin et Landau, 1941 ; Verwey et Overbeek, 1948) ou bien les forces hydrodynamiques.

La considération des interactions hydrodynamiques tient compte du fait que les interactions entre particules ne sont pas négligeables jusqu'au moment où les particules entrent en contact. La prise en compte de l'impact du mouvement crée par le fluide au moment de la collision des particules amène à considérer une rotation relative des particules décrite par les modèles « rectilinéaire » (Han et Lawler 1992) ou « curvilinéaire » (Adler 1981 ; Han et Lawler 1992).

Toutefois, la plupart des modèles de floculation établis à partir de considérations portant sur les aspects microscopiques du système (charge de surface, interactions entre particules) l'ont été en posant des hypothèses simplificatrices par rapport aux conditions rencontrées dans un système réel (pour exemple, ces modèles ne tiennent pas compte de la porosité des floes). De surcroît, la mise en relation de paramètres opérationnels inhérents au procédé employé avec la cinétique de floculation demeure délicate. Une approche macroscopique du phénomène de floculation semble pouvoir permettre des développements intéressants dans la modélisation de la floculation. Ainsi, la détermination des dimensions fractales des floes, de

par le fait qu'elles intègrent des caractéristiques des floccs comme la masse, la porosité et la taille, semble à même de générer des modèles de floculation dont l'application à des systèmes réels soit efficace.

I.4 Conclusion sur la structure des floccs.

La description de la structure des floccs et de leur mode de croissance demeurent délicates, elles font appel à des modélisations assez complexes pouvant intégrer de nombreux paramètres. Des mesures de granulométrie des floccs fournissent des informations à même de décrire en partie la qualité de la boue et son aptitude à décanter. La détermination des dimensions fractales des floccs ainsi que la considération des mécanismes d'agrégation permettent de mieux appréhender les modes de croissance des floccs.

Toutefois, la description de la floculation des boues, au-delà de la considération de phénomènes purement physiques, se doit de tenir compte des interactions biologiques et chimiques entre constituants.

II Biofloculation et physico-chimie des floccs.

Les processus de floculation des boues demeurent complexes, de multiples phénomènes dont l'action peut parfois être antagoniste sont à même d'avoir une influence sur celui-ci. La partie qui suit s'attache à présenter le rôle joué par certains constituants des boues dans les phénomènes de biofloculation.

II.1 Rôle des polymères exocellulaires.

Les polymères exocellulaires (PEC) forment une grande part de la fraction organique composant les floccs (Frolund *et al.* 1996). Ces mêmes auteurs considèrent qu'ils peuvent représenter jusqu'à 60 % de la fraction organique d'une boue, alors que la biomasse cellulaire ne représente que jusqu'à 20 % de cette même fraction. En terme de % massique par rapport à la teneur en matières solides, Urbain *et al.* (1993), estiment que les PEC représentent environ 15 % de la MES alors que Frolund *et al.* (1996) situent ce pourcentage entre 20 et 25 %. Les PEC ont pour origine le métabolisme ou la lyse cellulaire des microorganismes ou bien peuvent être apportés par les effluents (Urbain *et al.* 1993).

Laspidou et Rittmann (2002) reportent que les PEC, dans les boues activées se trouvent sous deux formes : les PEC liés à la biomasse des floccs (gaincs, capsules de polymères...) et les PEC solubles (macromolécules solubles, colloïdes).

De nombreuses techniques d'extraction sont proposées dans la littérature, les résultats montrent que la composition des PEC, d'un point de vue quantitatif, est variable selon l'origine de la boue, mais par contre, d'un point de vue qualitatif, ils demeurent semblables et les principaux constituants sont les protéines, les substances humiques, les polysaccharides, les acides uroniques, les lipides et les acides nucléiques. Parmi ces composants, les polysaccharides et les protéines sont le plus souvent reportés comme étant les fractions majoritaires (Frolund *et al.* 1996). Sponza (2003) a montré que la composition chimique des polymères extraits pour une boue activée était corrélée avec la composition de l'effluent des eaux usées constituant le substrat nutritif des boues.

Les PEC sont reportés dans de nombreuses études comme favorisant la formation et la croissance des floccs par agglomération des bactéries entre elles (Sanin et Vesilind 2000 ; Sponza 2003). Ils développent notamment une grande surface d'échange par unité de volume et permettent des pontages entre bactéries favorables à la floculation et donc une meilleure sédimentation des floccs de boue. Les PEC présentent de nombreux groupes fonctionnels chargés (carboxylates, sulfates, phosphates) qui influent grandement sur la charge totale portée par les floccs de boue et contribuent donc en grande partie aux processus interactionnels affectant les floccs (Wilén *et al.* 2003).

De nombreuses études portant sur la corrélation entre les teneurs ou la composition des PEC et les caractéristiques physiques des boues (indices de décantation ou résistance spécifique à la filtration) ont été réalisées afin de déterminer plus précisément le rôle des PEC dans le processus de floculation.

Mikkelsen et Keiding (2002) montrent que pour de fortes teneurs en PEC, les boues présentent une meilleure filtrabilité et une plus forte résistance au cisaillement. Wilén *et al.* (2003) ont montré que l'aptitude à la floculation (déterminée en mesurant l'absorbance du surnageant de boues soniquées et refloculées) augmentait avec la teneur en PEC et plus particulièrement avec l'augmentation des teneurs en protéines, polysaccharides et ADN. Sponza (2002) observe que l'indice de Mohlman (ou SVI) s'améliore avec l'augmentation de la teneur en protéines des PEC. Rosenberger et Kraume (2002) pour leur part ne notent pas d'impact de la teneur en PEC des boues sur la filtrabilité de la boue.

II.2 Rôle des cations.

Certains cations majeurs (Ca^{2+} , Mg^{2+}) et parfois mineurs (Cu^{2+} , Mn^{2+}) sont fortement impliqués dans la structure des floccs. Parmi ceux-ci, le calcium est considéré comme le cation ayant la plus forte influence dans le processus de biofloculation, notamment du fait de sa forte affinité pour les PEC (Forster et Lewin 1972 ; Erikson et Alm 1991 ; Sanin et Vesilind 2000). De nombreuses études se sont attachées à tester l'influence des cations sur la biofloculation, celles-ci s'accordent pour souligner l'importance des cations dans la détermination de la structure des floccs mais les résultats obtenus ainsi que les mécanismes de floculation proposés peuvent parfois diverger selon les auteurs.

Sanin et Vesilind (1996) montrent qu'à une concentration donnée d'alginate, plus les ajouts en Ca^{2+} sont importants, plus la floculation est importante. Le pontage entre les ions Ca^{2+} et les fonctions chargées négativement de l'alginate étant le principal facteur responsable de la floculation. Bruus *et al.* (1992) suggèrent un pontage entre cations divalents et groupes carboxylates des acides uroniques portés par les floccs et les PEC.

Higgins et Novak (1997) montrent que l'ajout de cations divalents (Ca^{2+} et Mg^{2+}) à une boue activée entraîne une augmentation du taux de protéines liées aux floccs et favorise la biofloculation. L'addition de cations monovalents au-delà de 10 meq.L^{-1} induit par contre une diminution du taux de protéines liées aux floccs et par suite une défloculation.

Sanin et Vesilind, (2000) utilisent des agents chélatants pour mettre en avant le rôle du calcium, ils observent une défloculation suite à l'ajout de ces agents, traduisant par là même leur forte implication dans la structure des floccs et leur stabilité. Keiding et Nielsen (1997) soulignent l'importance de l'environnement ionique et plus particulièrement de la teneur en calcium de la liqueur mixte sur la structure des floccs.

Sobeck et Higgins (2002) examinent le rôle des cations dans la biofloculation en réalisant des ajouts de cations divalents (Ca^{2+} et Mg^{2+}) et monovalent (Na^{+}) sur des échantillons de boues. Ils discutent ensuite, à partir de leurs résultats quelle théorie (parmi les théories DLVO, de l'alginate et du cation divalent pontant ou DCB (divalent cation bridging)) semble à même de décrire le mieux le rôle des cations dans la biofloculation. Ils concluent que l'addition de Ca^{2+} et de Mg^{2+} améliore dans les mêmes proportions la floculation des boues, leur ajout se traduisant par une amélioration du SVI, du CST et de la résistance spécifique à la filtration. L'ajout de cation monovalent se traduit par contre par une détérioration de ces mêmes paramètres. Ils concluent que la théorie décrivant le mieux le rôle des cations est la DCB.

II.3 Rôle des propriétés de surface.

La charge de surface portée par les floccs et par les particules de boue, sur la base de la théorie DLVO (Derjaguin, Landau, Verway, Overbeek), est considérée comme primordiale dans la détermination de la stabilité des floccs. La théorie DLVO a été initialement développée sur des colloïdes, elle décrit l'énergie d'interaction totale entre particules comme résultant de la somme d'un terme répulsif (répulsions électrostatiques entre charges de même signe) et d'un terme attractif (forces attractives de type Van Der Waals) (figure 1).

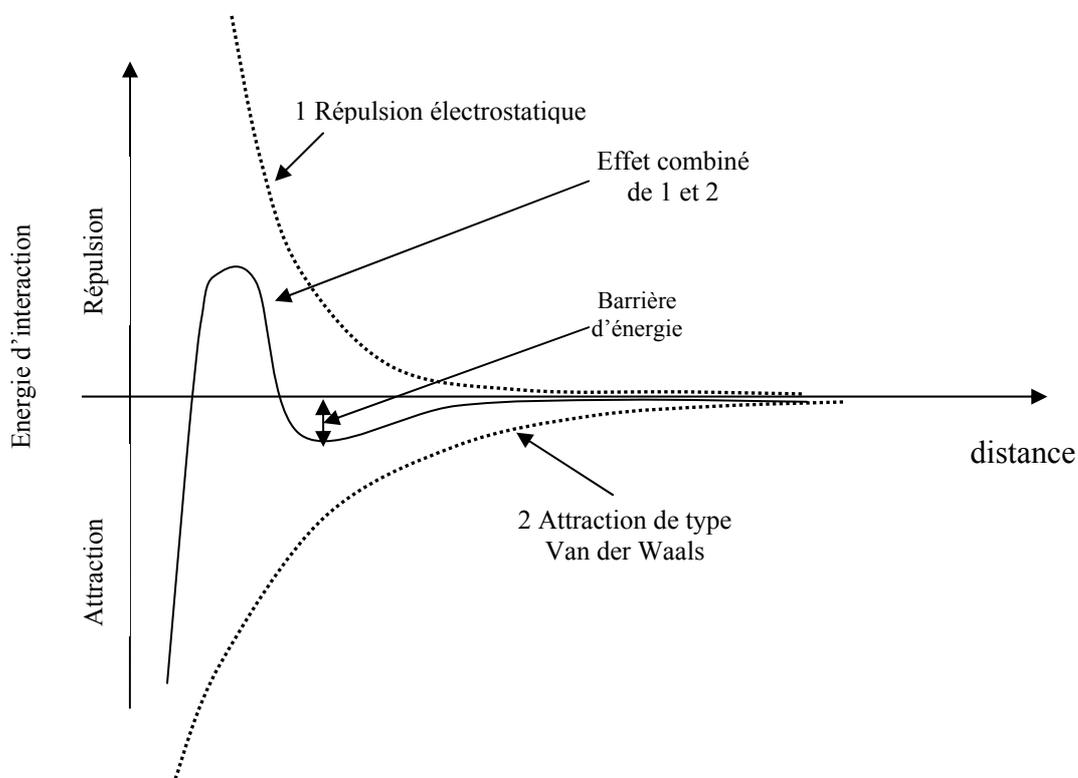


Figure 1 : Représentation de la théorie DLVO.

La théorie de la double couche décrit les particules chargées comme étant constituées d'une double couche de contre-ions les entourant. La première couche (dite couche de Stern) est composée d'une couche d'ions étroitement associée, la seconde couche (dite couche diffuse) étant composée de contre-ions moins étroitement associés. La concentration en ions dans la couche diffuse décroît avec la distance par rapport à la particule, jusqu'à ce qu'elle atteigne celle de la solution de la suspension. Quand deux particules s'approchent suffisamment

pour qu'il y ait interpénétration de leurs double couche, les ions sont confinés et leur concentration augmente localement. Une différence de potentiel osmotique d'origine entropique s'établit entre le milieu et la zone d'approche provoquant la répulsion de particules et peut donc inhiber les phénomènes d'agrégation. Cette théorie peut être extrapolée aux floccs de boues activées ainsi qu'aux particules primaires les composant. Les floccs sont des particules dont la surface porte des charges négatives. Les phénomènes à même de contribuer à diminuer les forces de répulsions entre floccs peuvent donc promouvoir l'agrégation des particules de boues. Il peut s'agir de phénomènes tels une augmentation de la force ionique ou bien une diminution du pH.

Certaines études se sont attachées à mettre en relation charge de surface et aptitude à la décantation (Forster 1968 ; Magara *et al.* 1976 ; Steiner *et al.* 1976). Pavoni *et al.* (1972) montrent en réacteur discontinu, que la réduction de la charge de surface n'est pas garante d'une meilleure floculation. Zita et Hermansson (1994) et Mikkelsen *et al.* (1996) montrent que la nature des forces d'interaction électrostatique est importante dans la détermination de la floculation et de la stabilité des floccs. Zita et Hermansson (1994) observent de surcroît que la théorie DLVO n'est valide que pour des conditions de faible force ionique et qu'une valeur de force ionique supérieure à 0,1 M entraîne une défloculation.

D'autres études mettent en avant le rôle joué par d'autres types de forces dans les phénomènes de biofloculation. Les interactions hydrophobes peuvent jouer un rôle important dans la formation des floccs (Urbain *et al.* 1993 ; Jorand *et al.* 1994 ; Zita et Hermansson 1997). Ainsi, Zita et Hermansson, (1997) observent une forte corrélation entre l'hydrophobicité de cellules et leur degré de liaison aux floccs de boues activées. Jorand *et al.* (1998) indique que les PEC possèdent à la fois des propriétés hydrophobes et des propriétés hydrophiles. Liao *et al.* (2001) montrent que parmi les propriétés de surface, ce sont la charge de surface, l'hydrophobicité et la composition des PEC des boues, plus que la quantité totale des PEC, qui gouvernent le phénomène de floculation. Ainsi, ils montrent une forte corrélation entre les ratios protéines/polysaccharides et protéines/(polysaccharides + ADN) et d'une part, le caractère hydrophobe et d'autre part, la charge de surface des boues. Ils prouvent par là l'importance de la composition des boues et plus particulièrement de celle des PEC dans la détermination des propriétés de surface et donc d'agrégation des floccs de boues. Wilen *et al.* (2003) observent une corrélation significative entre l'aptitude à la floculation de la boue et son caractère hydrophobe.

Liao *et al.* (2002) évoquent aussi l'importance des liaisons hydrogène dans la stabilité des floccs, l'ajout d'urée à des boues conduisant à une stabilité moindre des floccs du fait de la rupture de liaisons hydrogène entre PEC.

II.4 Conclusion sur la bioflocculation.

La bioflocculation est un phénomène complexe mettant en jeu de nombreux mécanismes interactionnels entre les divers constituants des boues, il est donc difficile de tirer des conclusions quant à l'influence d'un seul paramètre sans considérer l'évolution ou le rôle des autres paramètres. Tous les auteurs s'accordent à souligner que les PEC jouent un rôle important dans le processus de bioflocculation des boues activées et plus particulièrement les groupements fonctionnels chargés portés par ceux-ci se révèlent primordiaux dans le processus de flocculation. La composition des PEC, tout autant que leur quantité semble être un élément majeur dans la détermination de l'aptitude à la flocculation des boues. Les protéines et les polysaccharides semblent être les groupements fonctionnels ayant le plus d'influence sur la flocculation. Les cations, de par les possibilités de pontage qu'ils offrent avec les polymères facilitent aussi la flocculation, ceci est vrai essentiellement pour les cations divalents et en ne dépassant pas certaines teneurs. La charge de surface portée par les floccs détermine en grande partie le comportement et l'aptitude à la flocculation des floccs de boue, les PEC intervenant largement dans la détermination des propriétés de surface de la boue.

III Principaux modes de croissance des floccs en bassin d'aération de boues activées.

Divers modes de croissance des floccs de boues activées peuvent être notés en bassin d'aération. La partie qui suit s'attache à présenter les trois principaux modes de croissance que l'on peut trouver en boues activées.

III.1 Croissance flocculée.

Cette forme domine dans les stations à boues activées fonctionnant normalement, elle représente l'état normal d'une boue et garantit un traitement suffisant. La teneur en substrat au voisinage du flocc est suffisante pour assurer un taux de croissance optimum des micro-organismes flocculés. Les bactéries synthétisent les protéines indispensables au développement cellulaire et stockent rapidement une forte proportion de substrat sous forme de réserves

composées de sucres polymérisés et de polyhydroxybutirates. Ces réserves interviennent dans la floculation, notamment en modifiant la charge électrique superficielle des bactéries et en facilitant leur agglomération.

III.2 Croissance dispersée.

Elle se rencontre habituellement dans des bassins où les concentrations en substrat sont très faibles ou très élevées. Dans ces conditions, les bactéries colonisent le plus grand volume de liquide possible (Jenkins, 1992). Le peuplement se limite aux bactéries libres, les protozoaires sont rares. Il s'agit le plus souvent de boues très jeunes (charge massique élevée) à faibles performances épuratoires (Novak *et al.* 1993). Comas *et al.* (2003) énumèrent différentes causes possibles entraînant une croissance dispersée des floccs : (i) un choc toxique, (ii) un problème d'aération, (iii) une charge organique [F/M] trop élevée.

III.3 Croissance filamenteuse.

La prolifération de bactéries filamenteuses au sein de la biocénose des bassins de boues activées est l'un des facteurs principaux conduisant à la perte de biomasse dans l'eau traitée (Jenkins *et al.* 1986 ; Wanner 1994 ; Wagner et Loy 2002). Les microorganismes filamenteux forment une part importante de la population bactérienne qui joue un rôle prépondérant dans la formation des floccs, ils leur servent en effet de « squelette » et favorisent ainsi leur croissance (Sezgin *et al.* 1978 ; Cenens *et al.* 2000). Toutefois, leur prolifération est reconnue comme étant l'une des principales causes conduisant à l'obtention de floccs ayant une faible aptitude à sédimenter (Westlund *et al.* 1978 ; Duchène et Cotteux 1998 ; Madoni *et al.* 2000). De nombreuses études montrent qu'il s'agit d'un des dysfonctionnements le plus fréquemment rencontré en exploitation de stations de traitement des eaux usées par boues activées (Pujol *et al.* 1991 ; Westlund *et al.* 1996 ; Madoni *et al.* 2000). Les facteurs déclenchant de tels dysfonctionnements sont en effet nombreux et peuvent agir seuls ou en coordination (Chiesa et Irvine 1985). Parmi ces facteurs, on peut citer la composition des eaux résiduaires (richesse en hydrates de carbone, carences en nutriments (N, P), présence de composés soufrés réducteurs), une faible teneur en oxygène dissous, le mode d'écoulement des effluents dans le bassin d'aération etc...

La présence de bactéries filamenteuses au sein de la biocénose de boues activées se traduit en général par la diminution de l'aptitude à la sédimentation des boues activées, par

conséquent, la mesure d'indices classiques tels le SVI (Forster 1996) ou le flux de sédimentation initial (F_0) peut se révéler utile, leur dégradation (augmentation de SVI et diminution de F_0) peut être à même d'indiquer de manière indirecte l'apparition d'un bulking filamenteux. Toutefois, il faut garder à l'esprit que des phénomènes autres que le foisonnement filamenteux tels le bulking visqueux ou la croissance dispersée sont à même de conduire eux aussi à une dégradation de l'aptitude à la sédimentation de la boue.

L'observation microscopique des boues peut fournir des informations intéressantes concernant la présence de bactéries filamenteuses en excès ainsi que concernant l'identification des espèces présentes. Eikelboom et Van Buijsen (1983) décrit les méthodes d'identification de diverses espèces et propose une échelle de quantification de la population filamenteuse basée sur des observations microscopiques.

Du fait de leur haut degré de sensibilité et de spécificité, des techniques d'hybridation utilisant des sondes moléculaires dirigées vers l'ARN 16 S sont employées pour détecter et quantifier les bactéries filamenteuses (Rossello-Mora *et al.* 1995 ; Pernelle *et al.* 1998 ; Van Der Waarde *et al.* 1998). Elles présentent l'avantage de permettre la détermination des espèces de bactéries filamenteuses mises en cause dans le foisonnement filamenteux mais demeurent des techniques difficiles à mettre en œuvre pour la détection des bulking filamenteux en conditions réelles de fonctionnement de STEP.

IV Conclusion sur la floculation et la structure des floccs.

La floculation des boues activées est un processus dynamique dépendant de facteurs physiques, chimiques et biologiques. Les floccs de boue résultent d'interactions complexes entre les diverses entités les constituant. La détermination des caractéristiques des floccs de boues revêt donc un caractère primordial puisqu'elle doit permettre d'en déduire les propriétés des boues activées vis à vis de la séparation liquide-solide, base du procédé de traitement des eaux usées.

La figure 2 (d'après Jin *et al.* 2003) présente les facteurs caractéristiques des floccs et les propriétés des boues activées en résultant.

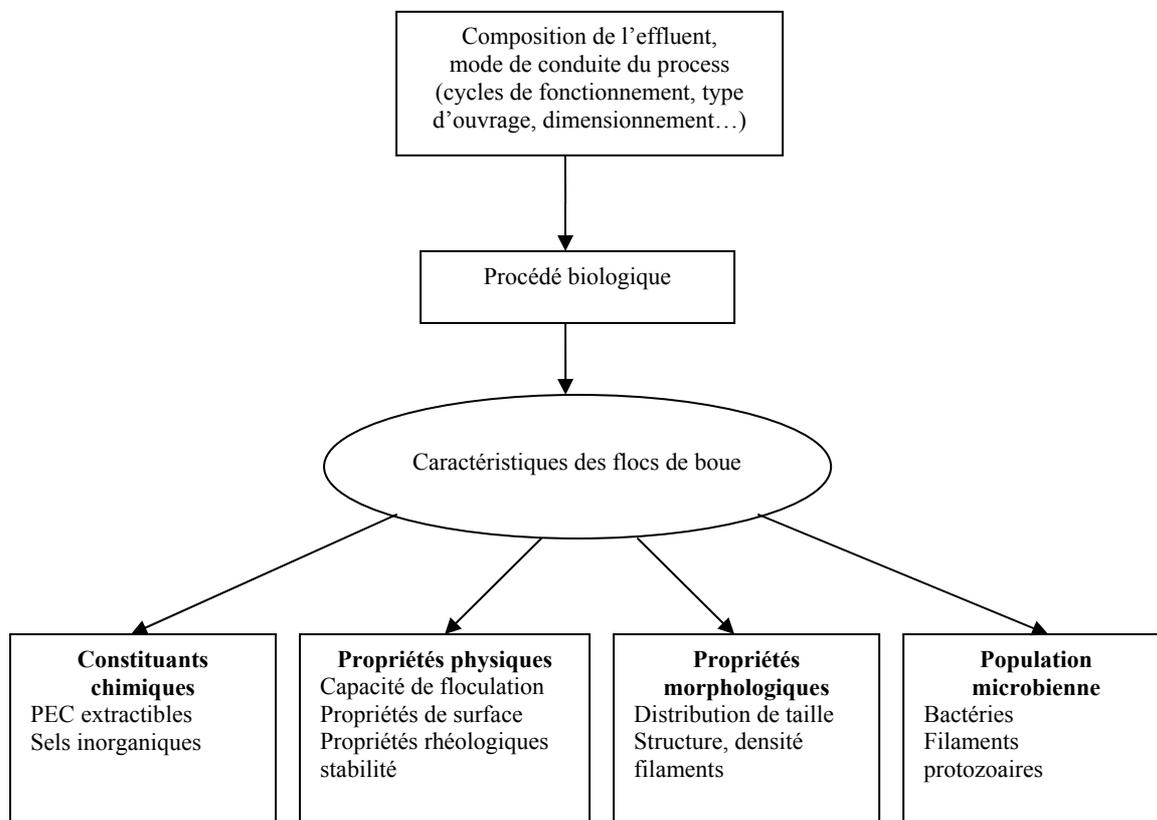


Figure 2 : Facteurs physiques, chimiques et biologiques affectant les caractéristiques des flocs de boue et propriétés des boues activées en résultant.

Parmi les multiples paramètres permettant de caractériser les boues se trouvent les mesures rhéologiques qui font l'objet de cette étude.

CH II - RHEOLOGIE : PARTIE THEORIQUE.

Etymologiquement, la rhéologie est une discipline qui traite de l'écoulement, des déformations des matériaux sous l'action de contraintes. La rhéologie a été développée pour décrire les propriétés de matériaux au comportement mal défini et intermédiaire entre celui du solide élastique parfait et celui du fluide newtonien. La section qui suit vise à définir les principaux paramètres rhéologiques ainsi que les différentes typologies d'écoulement des fluides.

I Notion de mouvement laminaire de cisaillement.

I.1 Définition.

Un matériau soumis à un ensemble de forces est susceptible de se déformer, les mouvements des différents points du matériau dépendant bien entendu de la répartition et de l'intensité des forces appliquées. Un mouvement laminaire de cisaillement est engendré pour certaines distributions de ces forces. Au cours d'un tel mouvement, on considère que le matériau présente une structure en lamelles, en couches adjacentes. La déformation du matériau s'effectue par glissement relatif des différentes couches, sans qu'il y ait transfert de matière d'une couche à l'autre. Les mouvements laminaires de cisaillement sont engendrés à l'aide de rhéomètres. C'est à partir de tels mouvements que peuvent être déterminés les paramètres rhéologiques des fluides.

I.2 Contrainte de cisaillement.

La contrainte de cisaillement (notée τ) est la grandeur dynamique fondamentale en rhéologie. Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, deux couches successives au contact l'une de l'autre se déplacent relativement l'une par rapport à l'autre. Il apparaît à l'interface de ces deux couches des forces de frottement qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche, elles sont appelées force de cisaillement (figure 3).

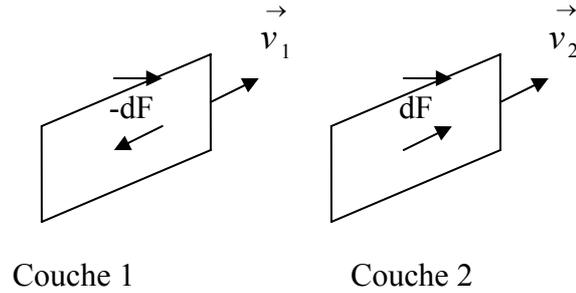


Figure 3 : Forces agissant sur deux éléments de couches voisines.

En supposant que la couche (1) est animée d'une vitesse v_1 supérieure à la vitesse v_2 de la couche (2), la couche (1) exerce sur la couche (2) une force de cisaillement dF parallèle au mouvement et tendant à accélérer la couche (2). La couche (2) exerce pour sa part sur la couche (1), une force de cisaillement $-dF$ tendant à la freiner. En rapportant ces forces de cisaillement à l'unité de surface, on définit la contrainte de cisaillement τ (équation (6)) :

$$\tau = \frac{dF}{dS} \quad \text{équation (6)}$$

τ représente une force par unité de surface, elle s'exprime en newton par m^2 ou bien plus commodément en Pascal (Pa) et dS est la surface élémentaire de l'entité considérée.

Il est à noter que dans le calcul de la résultante des forces, les forces de pression s'exerçant perpendiculairement à la surface ne sont pas prises en compte, du fait de leur faible valeur en comparaison des forces de cisaillement.

I.3 Déformation et vitesse de cisaillement.

Ces deux grandeurs constituent les grandeurs cinématiques fondamentales en rhéologie. La définition de la déformation de cisaillement est présentée dans le cas particulier le plus simple d'un mouvement de cisaillement présentant une symétrie plane. Le matériau est cisailé entre deux plans parallèles, l'un mobile, l'autre immobile (figure 4).

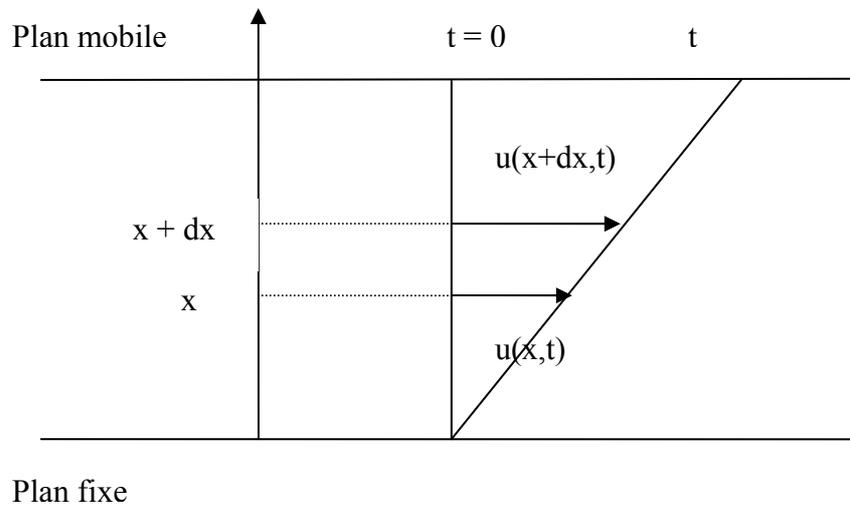


Figure 4 : Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles.

On considère arbitrairement que les particules de matière de deux couches adjacentes se trouvent à l'instant $t = 0$ dans une section droite. A l'instant t postérieur, les particules auront parcouru la distance $u(x,t)$ pour la particule située à l'abscisse x et $u(x+dx,t)$ pour la particule située à l'abscisse $x+dx$.

La déformation de cisaillement est définie par l'équation (7) :

$$\gamma = \frac{du(x,t)}{dx} \quad \text{équation (7)}$$

Cette grandeur est sans dimension, elle ne dépend pas du déplacement $u(x,t)$ lui-même mais de la variation de ce déplacement lorsqu'on passe d'une couche à une couche infiniment voisine.

L'expression de la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) est donnée par l'équation (8), il s'agit de la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} \quad \text{équation (8)}$$

$\dot{\gamma}$ a la dimension de l'inverse d'un temps et s'exprime en s^{-1} .

I.4 Equation d'état.

La détermination de ces deux grandeurs (contrainte de cisaillement et déformation ou vitesse de cisaillement) permet de définir l'équation rhéologique d'état du matériau, c'est-à-dire la relation les unissant ($\gamma = f(\tau)$ ou bien $\dot{\gamma} = f(\tau)$). Les rhéogrammes sont les courbes traduisant graphiquement l'équation rhéologique d'état du matériau. La représentation la plus courante consiste à exprimer la variation de la contrainte de cisaillement avec celle de la vitesse de cisaillement.

La détermination de ces paramètres permet entre autre d'obtenir la viscosité du fluide étudié (dans le cas des fluides newtoniens), grandeur suffisant bien souvent à caractériser de manière précise le comportement rhéologique du matériau étudié. La viscosité s'exprime en Pa.s, elle est notée μ . Le tableau 1 donne des valeurs de viscosité de substances usuelles à température ambiante (Coussot et Grossiord 2001).

Tableau 1 : Quelques ordres de grandeur des valeurs de viscosité de différents matériaux à température ambiante.

Matériau	Viscosité (Pa.s)
Air	10^{-5}
Eau	10^{-3}
Huile d'olive	10^{-1}
Glycérine	1
Miel	10
Polymères fondus	10^3
Bitume	10^8

II Mode de mesure et typologie de l'écoulement.

Deux modes de mesure distincts peuvent être mis en oeuvre en rhéologie : des mesures en cisaillement simple ou bien en mode dynamique. Les deux modes de mesure fournissent des renseignements de nature différente quant à la caractérisation des matériaux. Les mesures en

cisaillement simple renseignent essentiellement sur le comportement en écoulement des matériaux alors que les mesures en mode dynamique permettent de déterminer de façon plus précise le comportement viscoélastique des matériaux.

II.1 Mesures en cisaillement simple.

II.1.1 Mise en oeuvre des mesures.

Il s'agit du mode de mesure le plus simple à mettre en œuvre, le principe de la mesure va être présenté pour un rhéomètre rotatif cylindrique, classe de rhéomètre la plus fréquemment utilisée. La substance étudiée est emprisonnée entre deux cylindres de révolution coaxiaux. L'un des deux cylindres est fixe, l'autre est mobile et possède une vitesse de rotation uniforme de vitesse angulaire ω_0 (figure 5).

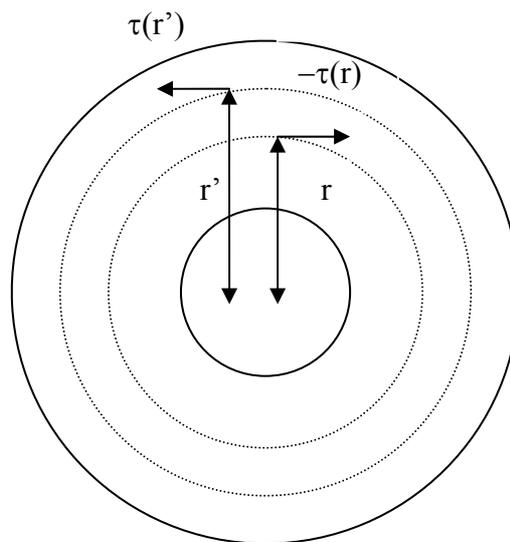


Figure 5 : Schéma de rhéomètre à co-cylindres et contraintes de cisaillement associées.

Moyennant l'hypothèse de non glissement du fluide à la paroi, il s'établit alors dans la substance un régime laminaire pour lequel les différentes couches sont animées d'une vitesse angulaire variant de 0 (cylindre fixe) à ω_0 pour le cylindre mobile. Pour des raisons de

symétrie, dans une même couche, les contraintes et vitesses de cisaillement sont identiques, par contre elles varient d'une couche à l'autre et sont alors notées $\tau(r)$ et $\gamma(r)$.

La détermination de ces grandeurs est un peu plus complexe dans le cas de la symétrie cylindrique que dans le cas de la symétrie plane présentée précédemment. Elle fait intervenir la notion de couple de rotation moteur dont le moment par rapport à l'axe de rotation $M(r)$ est donné par l'équation (9) :

$$M(r) = r \cdot \tau(r) \cdot S \quad \text{équation (9)}$$

dans laquelle S est la surface de la couche située à la distance r de l'axe de révolution.

Considérant la portion de substance comprise entre deux couches de rayon r et r' , de surfaces respectives S et S' , elle est soumise de la part de la couche r' , à un couple de rotation moteur dont le moment par rapport à l'axe de rotation vaut (équation (10)) :

$$M(r') = r' \cdot \tau(r') \cdot S \quad \text{équation (10)}$$

De la part de la couche intérieure r , à un couple de rotation de freinage dont le moment par rapport à l'axe de rotation vaut (équation (11)) :

$$M(r) = -r \cdot \tau(r) \cdot S \quad \text{équation (11)}$$

Lorsque le régime permanent est atteint, la somme des moments doit être nulle du fait que la substance n'est soumise à aucune accélération angulaire. On aboutit donc à l'équation (12) de $\tau(r)$:

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

avec h , la hauteur effective de cisaillement.

La détermination de γ Pour la symétrie cylindrique nécessite de considérer deux couches cylindriques infiniment voisines de rayon r et $r + dr$, ayant respectivement pour vitesses angulaires $\omega(r)$ et $\omega(r + dr)$.

La vitesse de déplacement d'une particule appartenant à la couche r vaut alors $\gamma = r \cdot d\omega$.

La vitesse de cisaillement est obtenue en rapportant la vitesse de déplacement à la distance dr séparant les deux couches (équation (13)):

$$\gamma(r) = - \frac{rd\omega}{dr} \quad \text{équation (13)}$$

Les données dont on dispose à partir de l'expérience sont la vitesse de rotation du cylindre mobile (ω_0) et le couple de rotation imposé (M).

En reportant les expressions des paramètres $\tau(r)$ et $\gamma(r)$ des équations (9) et (10) dans les équations décrivant les lois de comportement rhéologique des boues et après intégration de la vitesse angulaire (de 0 à ω_0), on aboutit à la détermination des paramètres descriptifs de la loi de comportement rhéologique.

1.1.2 Typologie de l'écoulement.

L'écoulement des fluides newtoniens est le cas le plus simple que l'on puisse trouver, dans ce cas, vitesse de cisaillement et contrainte de cisaillement sont reliés par une loi linéaire, la pente de la droite alors obtenue en traçant le rhéogramme est la viscosité du fluide. Tous les fluides homogènes pour lesquels la dissipation d'énergie est due aux collisions d'espèces moléculaires relativement petites ont un comportement newtonien (gaz, liquides usuels et solutions de molécules de faible poids moléculaire).

La majorité des fluides présentent toutefois des comportements non newtoniens qui font appel à l'utilisation de modèles rhéologiques plus complexes pour décrire leur comportement en écoulement.

1.1.2.1 Fluides à contrainte critique.

Cette catégorie de fluides est aussi communément désignée par l'appellation fluide plastique, la figure 6 donne une vue des courbes d'écoulement les caractérisant. Il s'agit de fluides ne s'écoulant pas avant qu'il leur soit appliqué une contrainte de cisaillement minimale.

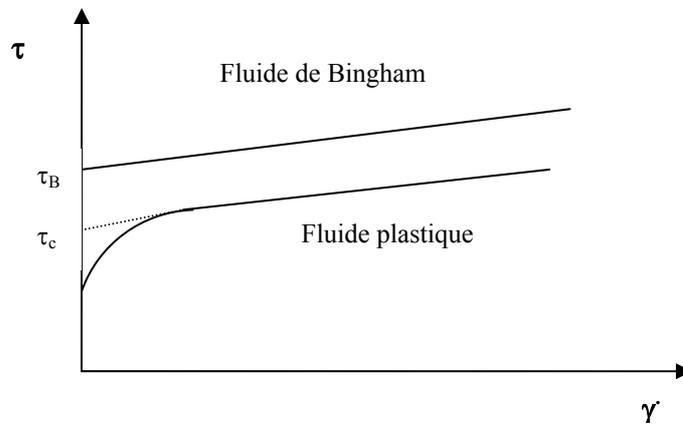


Figure 6 : Courbes d'écoulement de fluides présentant une contrainte critique.

Le tableau 2 récapitule les principales lois d'écoulement rhéologiques utilisées pour décrire le comportement de tels fluides.

Tableau 2 : Modèles rhéologiques décrivant l'écoulement de fluides à contrainte critique (d'après Midoux, 1988).

Modèle	Loi rhéologique
Bingham	$\tau = \tau_B + \mu_B \cdot \dot{\gamma}$
Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_H + K \cdot \dot{\gamma}^n$
Casson général	$\tau^n = \tau_c^n + (k_c \cdot \dot{\gamma})^n$
Casson	$\tau^{1/2} = \tau_c^{1/2} + (k_c \cdot \dot{\gamma})^{1/2}$

Le modèle d'Herschel-Bulkley est celui permettant de décrire la plupart des fluides plastiques, la courbe d'écoulement de tels fluides finit par devenir rectiligne au-delà d'une certaine contrainte critique appliquée.

Le modèle de Bingham est le plus simple de ces modèles, le fluide de Bingham s'écoule lorsqu'un seuil minimal de contrainte τ_B est dépassé. Ce modèle permet de décrire le comportement rhéologique de nombreux matériaux (boues de forage, peintures à l'huile, certaines graisses...).

1.1.2.2 Fluides sans contrainte critique.

La figure 7 présente les courbes d'écoulement des deux principales catégories de fluides sans contrainte critique, à savoir les fluides pseudo-plastiques (ou rhéofluidifiants) et les fluides dilatants (ou rhéoépaississants).

Pour les fluides pseudoplastiques, le rapport $\tau/\gamma = \mu_{app}$ (viscosité apparente) est à peu près constant pour les plus faibles valeurs de vitesse de cisaillement imposées et vaut μ_0 . Ce rapport décroît ensuite progressivement lorsque la vitesse de cisaillement augmente (d'où le nom de rhéofluidifiant), jusqu'à atteindre une valeur de viscosité limite (μ_∞).

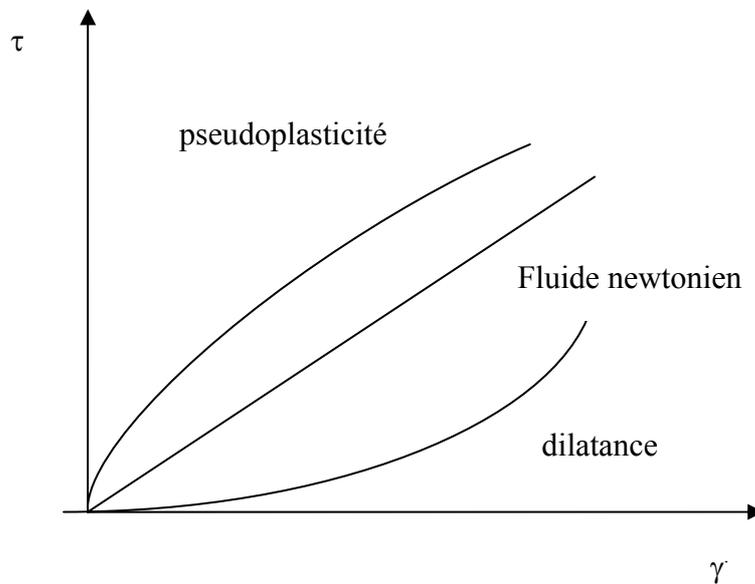


Figure 7 : Courbes d'écoulement des principales catégories de fluides sans contrainte critique.

Les principales lois rhéologiques décrivant le comportement de tels fluides sont présentées dans le tableau 3.

Tableau 3 : Lois rhéologiques de fluides ne présentant pas de contrainte critique (d'après Midoux, 1988).

Modèle	Loi rhéologique
Ostwald de Waele	$\tau = k.\gamma^n$
Ellis	$\tau = [\mu_0 / (1 + (\tau/\tau_{1/2})^{\alpha-1})].\gamma$
Sisko	$\tau = \mu_0.\gamma + k.\gamma^n$
Reiner Phillipoff	$\tau = [\mu_\infty + ((\mu_0 - \mu_\infty) / (1 + (\tau/\tau_S)^2)].\gamma$
Prandtl-Eyring	$\tau = \tau_0 \text{sh}^{-1}(\tau_0.\gamma)$
Carreau	$\tau = [\mu_\infty + (\mu_0 - \mu_\infty).(1 + (\lambda\gamma)^2)^{(n-1)/2}].\gamma$
Cross	$\tau = [\mu_\infty + (\mu_0 - \mu_\infty) / (1 + \gamma t_1)^p].\gamma$

Parmi ces modèles d'écoulement, la loi d'Ostwald de Waele est la plus communément utilisée. Dans ce modèle, k est appelée la consistance du fluide et l'écart de l'exposant n (ou indice d'écoulement) à l'unité ($0 < n \leq 1$) traduit la non perfection visqueuse du fluide considéré. Parmi les fluides présentant un comportement pseudoplastique, on compte les suspensions de particules asymétriques, les ciments, les colles, certaines peintures ...

Les fluides dilatants obéissent également à une loi puissance d'Ostwald mais avec $n > 1$, la viscosité apparente croît avec la vitesse de cisaillement qui augmente. Cette catégorie de fluides est beaucoup plus rare que les fluides pseudoplastiques, elle se rencontre essentiellement pour des suspensions à forte teneur en matière solide (concentrations volumiques supérieures à 50 %). Ce type de comportement peut avoir pour origine une transition ordre-désordre entre les particules constitutives du fluide, pour les plus faibles vitesses de cisaillement, les particules sont plus ou moins alignées alors que pour les plus fortes valeurs de vitesse de cisaillement, elles sont dispersées aléatoirement, ce qui induit une viscosité qui augmente lorsque le désordre s'installe au sein du fluide.

1.1.2.3 Fluides thixotropes.

La consistance de tels fluides dépend aussi bien de la vitesse de cisaillement que de la durée du cisaillement. Dans ces conditions, la viscosité apparente n'est plus fixée pour une valeur donnée de la contrainte ou de la vitesse de cisaillement mais dépend également du paramètre temps. Ainsi, l'écoulement d'un matériau peut être facilité par une agitation préalable de l'échantillon à étudier. La méthodologie utilisée pour déterminer le caractère

thixotrope de fluides consiste le plus souvent en l'application d'un cycle de cisaillement montée-palier-descente (cisaillement croissant-cisaillement constant-cisaillement décroissant) (figures 8 et 9).

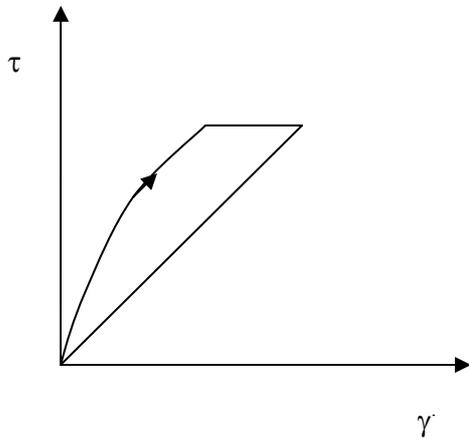


Figure 8 : rhéogramme enregistré par un rhéomètre à contrainte imposée.

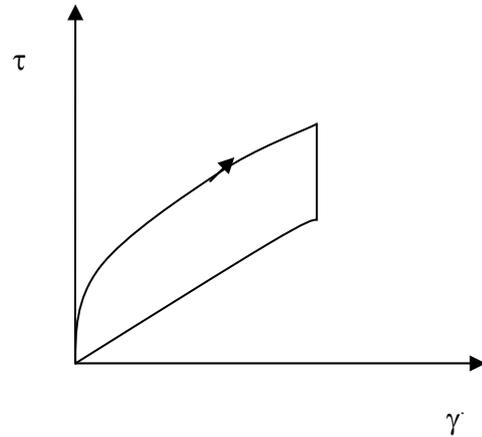


Figure 9 : rhéogramme enregistré par un rhéomètre à vitesse de cisaillement imposée.

Le cisaillement induit une déstructuration qui conduit à l'obtention de courbes montées-descente en cisaillement (ou charge-décharge) qui sont asymétriques (présence d'une surface d'hystérèse) dans le cas particulier de fluides thixotropes. A la notion de thixotropie est associée un caractère de réversibilité de la déstructuration, c'est-à-dire qu'après un temps de repos suffisant, le matériau doit recouvrer sa structure initiale. La caractérisation de tels matériaux demeure difficile, elle se doit en tout cas d'être réalisée strictement dans les mêmes conditions expérimentales afin de pouvoir réaliser des comparaisons entre échantillons.

Certains auteurs ont tenté de quantifier les propriétés de thixotropie des boues à travers certains coefficients empiriques tels ceux présentés dans le tableau 4.

Pour l'expression du coefficient de déstructuration B, les indices 1 et 2 se rapportent respectivement aux viscosités plastiques μ_{p1} et μ_{p2} mesurées en rampe de décharge après deux durées de cisaillement t_1 et t_2 au gradient maximum γ_{max} de la rampe de charge.

Concernant le coefficient M, les indices 1 et 2 distinguent deux valeurs différentes de gradients de vitesse maximum γ_1 et γ_2 pour des rampes de gradients de vitesse de mêmes accélérations. Les mesures de μ_{p1} et μ_{p2} sont déterminées à partir de la rampe de décharge immédiatement enchaînée après que les gradients de vitesse aient atteint les valeurs de

consigne γ_1 et γ_2 . Les viscosités maximales (μ_{\max}) et minimales (μ_{\min}) obtenues à partir des boucles d'hystérèse peuvent aussi fournir des critères de comparaisons.

La surface de la boucle d'hystérésis ($\tau = f(\dot{\gamma})$) formée par les mesures successives à gradients de vitesses croissants puis décroissants constitue également une mesure relative des propriétés thixotropes du fluide.

Tableau 4 : coefficients permettant de déterminer le caractère thixotrope de fluides de Bingham.

$B = -t \cdot d\mu_p/dt = (\mu_{p1} - \mu_{p2})/\log(t_1-t_2)$	Coefficient de déstructuration thixotrope en fonction du temps
$M = (\mu_{p1} - \mu_{p2})/\log(\dot{\gamma}_2/\dot{\gamma}_1)$	Coefficient de déstructuration thixotrope en fonction de la vitesse de cisaillement
$\mu_{\max} - \mu_{\min}$ $(\mu_{\max} - \mu_{\min})/\mu_{\min}$	

II.2 Mesures en mode dynamique : détermination de la viscoélasticité.

Tous les liquides présentent des propriétés visqueuses, certains possédant une structure complexe peuvent également présenter des propriétés élastiques. Ce comportement se manifeste notamment lorsqu'on applique ou lorsqu'on supprime brutalement un cisaillement par l'apparition d'un régime transitoire pendant lequel la structure de l'échantillon évolue avant de se stabiliser. La détermination des propriétés viscoélastiques de certains matériaux passe par la mise en place d'une analyse oscillatoire. Ce type de test consiste à imposer à l'échantillon un cisaillement oscillatoire de pulsation donnée ω . Lors de ces tests, la contrainte $\tau(t)$ et la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}(t)$ évoluent sinusoïdalement au cours du temps.

II.2.1 Viscoélasticité linéaire.

Un fluide viscoélastique récupère une partie de ses déformations après suppression des contraintes et la contrainte associée à une déformation, diminue dans le temps (équations (13) et (14)).

Le comportement viscoélastique de fluides peut être décrit conceptuellement comme résultant de l'association de ressorts et d'amortisseurs. Toutes les associations de ressorts et

d'amortisseurs, aussi complexes soient-elles, correspondent à un comportement viscoélastique linéaire. A partir des lois d'association en série et en parallèle, on peut établir l'équation rhéologique de chaque modèle et en déduire les fonctions fluage et relaxation dans chaque cas particulier. Il s'avère toutefois que les modèles de Kelvin-Voigt et de Maxwell généralisés suffisent pour déduire n'importe quelles fonctions de fluage et de relaxation. Le modèle de Maxwell correspond à l'association en parallèle de n liquides de Maxwell, chacun d'eux étant constitué par un ressort et un amortisseur en série.

Le modèle de Kelvin-Voigt généralisé est pour sa part constitué par l'association en série d'un liquide de Maxwell et de n solides de Kelvin-Voigt (constitué lui-même par l'association en parallèle d'un ressort et d'un amortisseur).

$$\text{Relation générale du comportement viscoélastique : } \gamma(t) = \frac{\tau(t)}{\mu} + \frac{1}{G} \cdot \frac{d\tau(t)}{dt} \quad \text{équation (13)}$$

Exemple du solide de Kelvin Voigt avec $\tau = \tau_0 = \text{cte}$ pour $t \gg 0$ et $\gamma = 0$ pour $t < 0$:

$$\gamma(t) = \frac{\tau_0}{G} \cdot [1 - e^{-\frac{t}{\lambda}}] \quad \text{équation (14)}$$

Avec $\lambda = \mu / G$

Le facteur temps intervient dans l'expression des propriétés viscoélastiques à travers le temps de relaxation (λ). Le temps de relaxation correspond à la durée de valeur λ pendant laquelle la tension γ diminue de 1/e de sa valeur initiale.

Si $t \gg \lambda$ alors $\gamma(t) = \tau \cdot J_\infty + \tau \cdot t / \mu$

Les fonctions de fluage $J(t)$ et de relaxation $G(t)$ caractérisent l'écoulement des fluides viscoélastiques selon les modes de mesures en cisaillement simple. La modélisation de ces fonctions conduit généralement à des formes développées du type $\gamma(t) = J(t) \cdot \tau + O(\tau^3)$.

Les propriétés viscoélastiques correspondantes ne sont donc pas aisées à déterminer et leur caractérisation ne fournit pas de paramètres clés rapidement identifiables. De plus, la méthode de sollicitation en cisaillement simple repose sur des échelons de contrainte (fluage) ou de déformation (relaxation) imposés de façon instantanée. En réalité, ce principe théorique est

confronté à l'inertie mécanique du système de mesure des rhéomètres. C'est pourquoi on utilise les propriétés de réponse oscillatoire des fluides viscoélastiques soumis à des sollicitations de type sinusoïdales en fonction du temps.

II.2.2 Paramètres complexes.

En mode dynamique, on applique des contraintes ou des déformations qui répondent à des fonctions sinusoïdales du temps (t) de pulsations données (ω) qui ne provoquent pas l'écoulement du fluide. A l'instant initial on a :

$$\gamma(\omega) = \gamma_0 \cdot \cos(\omega t)$$

$$\tau(\omega) = \mu \cdot \omega \cdot \gamma_0 \cdot \cos(\omega t + \phi) = \tau_0 \cdot \cos(\omega t + \phi)$$

La contrainte mesurée (τ) est en déphasage permanent avec la déformation (γ) d'un angle ϕ compris entre 0 et $\pi/2$. En fonction du temps de mesure (t), ce décalage par rapport aux conditions initiales devient tel que :

$$\gamma(\omega t) = \gamma_0 \cdot e^{j\omega t} = \gamma_0 \cdot (\cos(\omega t) + j \cdot \sin(\omega t))$$

soit $\gamma(\omega t) = \gamma'(\omega) + j \cdot \gamma''(\omega)$

De même $\tau(\omega t) = \tau'(\omega) + j \cdot \tau''(\omega)$

Par analogie avec le solide de Hooke, on définit un module de rigidité complexe $G^*(\omega)$:

$$G^*(\omega) = \frac{\tau(\omega t)}{\gamma(\omega t)} = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cdot e^{j\phi} = G'(\omega) + j \cdot G''(\omega)$$

La rigidité d'accumulation $G'(\omega)$ traduit la capacité du fluide à conserver l'énergie sous forme élastique (en phase avec γ). Les propriétés visqueuses sont exprimées par la rigidité de dissipation $G''(\omega)$ (déphasage de $\pi/2$ avec γ).

Par analogie avec la relation de Newton, on définit la viscosité complexe $\mu^*(j\omega)$:

$$\mu^*(j\omega) = \frac{\tau(\omega t)}{\dot{\gamma}(\omega t)} = \mu'(\omega) - j \cdot \mu''(\omega)$$

Avec $\mu' = \frac{G''}{\omega}$ et $\mu'' = \frac{G'}{\omega}$

Les viscosités complexes traduisent les rapports de déphasage de la contrainte avec la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$. La viscosité pure μ' (caractère visqueux) est en phase avec $\dot{\gamma}$ alors que la viscosité élastique μ'' est déphasée de $\pi/2$.

L'analyse oscillatoire permet une identification très précise de la structure de l'échantillon étudié, elle peut aussi permettre la mise en évidence de transitions (température de fusion, transition vitreuse, gélification...).

CH III - RHEOLOGIE DES BOUES.

Les mesures rhéologiques sont utilisées dans l'industrie afin de caractériser de nombreux types de suspension, notamment dans les secteurs de l'agroalimentaire, de la pharmacie, de la cosmétique, de la chimie des peintures ou des polymères. Une des principales application de la rhéologie est la détermination de la viscosité des matériaux dans différentes conditions et sous l'influence de contraintes variables (cisaillement, température, ...).

La caractérisation rhéologique des boues issues du traitement biologique des eaux usées fait l'objet de recherches visant à une meilleure connaissance de ces matériaux à diverses étapes de la filière de traitement des eaux usées. La partie qui suit a pour objectif de présenter une revue des travaux de la littérature scientifique concernant la caractérisation rhéologique des boues. En ce sens, une présentation des modes de mesure ainsi que des matériels utilisés sera effectuée, suivie d'un rappel des différents comportements des boues enregistrés ainsi que des facteurs considérés comme ayant une influence sur la rhéologie des boues. Un exposé des principales applications pratiques de mesures rhéologiques réalisées sur des boues achèvera ce chapitre.

I Appareillages de mesures employés.

Les trois géométries les plus souvent utilisées ainsi que les principaux artefacts de mesure rencontrés au cours des études rhéologiques de boues sont présentés dans cette section.

I.1 Rhéomètre rotationnel à co-cylindres.

Il s'agit là de l'appareillage dont l'emploi est le plus fréquent pour étudier le comportement rhéologique des boues. De nombreux modèles de rhéomètres sont déclinés dans cette catégorie, de nombreuses géométries différentes de cellules sont adaptables. Slatter (1997) a passé en revue les avantages et désavantages de ces appareils :

Avantages :

- Faibles volumes d'échantillon nécessaires.
- Possibilité de contrôler la mesure et de récupérer les résultats sur un PC.

- Les effets de thixotropie peuvent être détectés facilement.
- Appareillage compact et pouvant être utilisé en routine.

Désavantages :

- L'espace entre les cylindres doit être supérieur à celui des particules les plus larges, tout en sachant qu'il se doit d'être le plus petit possible pour éviter les turbulences et les facteurs correctifs.
- Il n'est pas possible, à partir des données expérimentales de déterminer la transition entre les régimes laminaire et turbulent.
- Les effets de la force centrifuge et de la sédimentation peuvent créer un gradient de concentration dans la cellule de mesure ou une diminution de la valeur du couple résistant qui peut engendrer de fausses interprétations concernant le caractère thixotrope de l'échantillon.

Pour des mesures sur des boues faiblement concentrées, certains auteurs font le choix d'une géométrie à double entrefer (Dollet 2000 ; Sutapa 1996) permettant d'une part de limiter les problèmes de sédimentation dans la cellule et d'autre part d'augmenter la sensibilité de la mesure de par l'augmentation de la surface de contact.

I.2 Rhéomètres capillaires.

Cet appareillage permet d'induire dans un tube de diamètre et de longueur connues, un écoulement laminaire, par application d'une différence de pression entre les deux extrémités. Slatter (1997) fait l'analyse suivante sur ce type d'appareillage.

Avantages :

- Appareillage simple et de coût faible.
- Similitude géométrique avec celle des conduites qui peut être utile pour tester des phénomènes de perte de charge dans des canalisations.
- De fortes valeurs de vitesses de cisaillement peuvent être atteintes.
- Transition entre le régime turbulent et laminaire faciles à observer.

- Effets dépendant du diamètre peuvent être observés.

Désavantages :

- De forts volumes d'échantillon sont nécessaires.
- Cet appareillage ne permet pas d'étudier les comportements thixotropes de la boue.

I.3 Rhéoréacteurs

Cette catégorie de rhéomètres est également rencontrée dans les études rhéologiques menées sur les boues. Ce type d'appareillage est constitué par un récipient dont le contenu peut être soumis à agitation (rhéoréacteur) et équipé avec différents systèmes d'agitation (système à palette ou à hélice). Cet appareillage est utilisé essentiellement pour caractériser des suspensions de boues concentrées du fait que des problèmes liés à la sédimentation de l'échantillon dans le réacteur pour les plus faibles concentrations se posent.

Il est délicat d'évaluer avec de tels systèmes le caractère thixotrope de la boue du fait que celui-ci dépend essentiellement du régime turbulent appliqué à l'échantillon par gradient d'agitation plus que de la puissance dissipée par l'agitateur (Seyssiecq *et al.* 2003).

II Comportement rhéologique de la boue.

Les boues sont des fluides non-newtoniens, ce qui signifie que vitesse de cisaillement et contrainte de cisaillement ne varient pas linéairement. La description du comportement rhéologique des boues fait donc appel aux diverses modélisations multi-paramètres présentées au chapitre II. Quatre types de comportement distincts de la boue sont référencés dans la bibliographie, ceux-ci font l'objet d'une présentation dans la partie qui suit. Le tableau 5 présente de façon synthétique les études menées par différents auteurs.

II.1 Comportement rhéofluidifiant.

Un fluide rhéofluidifiant voit sa viscosité décroître avec le cisaillement qui augmente, le liquide devient moins visqueux et donc plus fluide lorsque le cisaillement croît. Les modèles d'Ostwald et de Sisko sont les plus souvent utilisés pour décrire le comportement en écoulement d'échantillons de boue. Sutapa (1996) montre que l'indice d'écoulement n du

modèle d'Ostwald augmente avec la concentration en MES, c'est-à-dire que le caractère fluidifiant de la boue devient plus évident avec l'augmentation de la concentration de la boue. Chavarria (1980) détermine les coefficients d'un modèle similaire à celui d'Ostwald qui décrit directement la viscosité apparente en fonction du gradient de vitesse pour des échantillons de boues activées. Moeller et Torres (1997) utilisent le modèle d'Ostwald pour caractériser des boues primaires, secondaires et de digestion aérobie et anaérobie. Ils montrent que ces différents types de boue ont des propriétés fluidifiantes différentes en étudiant notamment la variation des paramètres K et n. Il est à noter que certains auteurs interprètent conjointement les résultats de mesures rhéologiques selon un modèle rhéofluidifiant et plastique (Lotito *et al.* 1997 ; Manoliadis et Bishop 1984) et recherchent la modélisation fournissant les meilleures corrélations possibles pour décrire l'écoulement de la boue. Toutefois, dans le cas de boues concentrées, certains auteurs considèrent que le comportement rhéofluidifiant ne se manifeste que pour des contraintes de cisaillement minimales (Slatter 1997).

II.2 Comportement plastique.

Le comportement plastique des boues est d'autant plus marqué que la concentration volumique en matière solide est élevée. Les modèles de Bingham et de Herschel-Bulkley sont alors les plus employés pour décrire ce comportement de la boue. La définition du seuil d'écoulement de la boue reste très différente selon les études considérées, ainsi, Spinoso et Lotito (2003) proposent pour des suspensions synthétiques une valeur de contrainte critique $\tau_c = 30$ Pa, Forster (2002) considère que pour des boues activées de MES $< 9-11$ g.L⁻¹, la valeur de τ_c est négligeable. Sozanski *et al.* (1997) suggèrent pour des boues activées floculées, l'utilisation du modèle de Bingham pour des concentrations en solide supérieures à 20 g.L⁻¹. Slatter (1997) utilise pour sa part le modèle d'Herschel-Bulkley pour des boues de digesteur anaérobie et trouve une valeur $\tau_c = 2$ Pa pour une teneur en solide de 31,7 g.L⁻¹. Monteiro (1997), associe à des boues issues de digestion anaérobie présentant des teneurs en MES variant de 2 à 4 g.L⁻¹, une valeur τ_c variant de 0,3 à 1 Pa. Dollet (2000) utilise le modèle de Bingham pour décrire le comportement de boues activées faiblement concentrées et montre la sensibilité de ce paramètre à la différence de nature de la boue selon son origine de prélèvement, il considère que la contrainte critique ne devient évidente qu'à partir de concentrations en MES supérieures à 3 g.L⁻¹ et prend une valeur de l'ordre de 0,15 Pa. La nature de la boue et plus particulièrement son état de floculation peuvent aussi favoriser

l'apparition d'un seuil d'écoulement à des valeurs de MES variables, ainsi, Dentel *et al.* (2000) travaillant sur des boues conditionnées voient la contrainte de cisaillement varier avec la dose de polymère ajoutée.

Les résultats obtenus sont donc très disparates concernant la définition de la valeur du seuil d'écoulement, les auteurs s'accordent pour dire que la détection de cette contrainte critique est d'autant plus aisée que la teneur en MES est élevée. La fluctuation des valeurs de τ_c proposées dans les différentes études trouve en grande partie pour origine la sensibilité de l'appareillage utilisé. La définition d'un seuil de contrainte à très faibles MES peut aussi se heurter à des problèmes d'artefacts de mesure tels des glissements aux parois ou bien des problèmes de sédimentation dans la cellule susceptibles de créer des gradients de concentrations induisant une forte erreur de mesure.

II.3 Comportement thixotrope.

La thixotropie témoigne de l'importance de l'histoire mécanique antérieure du matériau dans la détermination de son comportement rhéologique (Coussot et Grossiord 2001). Un fluide thixotrope possède en général un caractère rhéofluidifiant qui se manifeste par une diminution de la viscosité lors de la montée en vitesse de cisaillement (ou en contrainte de cisaillement). Les effets de cette fluidification ne se produisent pas en totalité lors de l'application du cisaillement mais peuvent être différés dans le temps. La déstructuration induite par le cisaillement se manifeste de façon différée, ce qui se traduit par des rhéogrammes résultant de montée et descente linéaire en vitesse de cisaillement qui sont asymétriques, la courbe de descente se situant en dessous de celle de montée en vitesse de cisaillement. Un liquide thixotrope régénère sa structure après un temps de repos suffisant.

Les boues sont reportées comme étant des fluides présentant des propriétés thixotropes (Yen *et al.* 2002 ; Forster 1982 ; Battistoni 1997). Ce genre de comportement est à même de rendre encore plus difficile la détermination des caractéristiques rhéologiques des boues (Dentel 1997). En particulier, le seul fait d'introduire la boue dans la cellule de mesure soumet l'échantillon à une certaine contrainte qui fait que l'on ne peut pas toujours observer le comportement réel de la boue et éluder le comportement faiblement thixotrope de certains échantillons ou bien induire des artefacts de mesure. Pour éviter cela, certains auteurs préconisent l'emploi d'un pré-conditionnement des échantillons par application d'une phase de pré-cisaillement identique de façon à permettre l'homogénéisation des mesures (Baudez 2001).

Le caractère thixotrope de certains échantillons de boues a été étudié et exploité par certains auteurs. Ainsi, Battistoni (1997) décrit la thixotropie de la boue comme résultant de l'énergie dépensée par la rupture de liaisons solide-solide au sein des floccs structurés. Il quantifie ce phénomène par la surface d'hystérèse développée par des rhéogrammes résultant de l'application d'une montée-descente linéaire en vitesse de cisaillement. Dagot *et al.* (2001) montrent un caractère fortement thixotrope d'échantillons de boues filamenteuses. Il en est de même pour Yen *et al.* (2002) sur des échantillons de boues flocculées à l'aide d'un poly-électrolyte cationique. Dans les deux cas, le paramètre surface d'hystérèse est utilisé comme indicateur de la thixotropie des échantillons de boues en relation avec leur état de floculation bien particulier.

II.4 Comportement viscoélastique.

Les matériaux viscoélastiques ont dans certaines conditions des caractéristiques analogues à celles de corps élastiques (non fluides) et dans d'autres conditions des caractéristiques de fluides simplement visqueux. Plus précisément, lorsqu'une sollicitation leur est imposée pendant une durée très courte, leur réponse est essentiellement élastique, c'est-à-dire que la déformation résultante est proportionnelle à la contrainte appliquée. Par contre, lorsqu'une sollicitation leur est imposée pendant une durée assez longue, leur réponse est essentiellement visqueuse, c'est-à-dire qu'ils s'écoulent plutôt qu'ils ne se déforment.

Assez peu d'études menées sur des boues mentionnent l'utilisation de modèles viscoélastiques pour décrire leur comportement rhéologique. Les boues ne peuvent présenter un tel comportement qu'à de fortes teneurs en matière solide. Sutapa (1996) utilise de telles mesures sur des boues activées concentrées (33 g.L^{-1}) pour déterminer la valeur de la contrainte critique de cisaillement. Baudez (2001) se sert de mesures en dynamique pour confirmer les résultats obtenus en cisaillement simple sur des boues pâteuses. Il définit, en fonction de valeurs seuils de contrainte, le modèle d'écoulement suivi par la boue.

Tableau 5 : Description des conditions expérimentales, de la modélisation rhéologique utilisée et de l'influence de la MES sur les propriétés des boues obtenues par différents auteurs, d'après Seyssiecq et al. (2003).

Auteurs	Nature de la boue étudiée/	Gamme de MES ou de MVS	Type de rhéomètre	Modèle rhéologique utilisé	Variation des paramètres rhéologiques avec la teneur en solide (MES ou MVS)
Sozanski et al. (1997)	Boues minérales	50 à 150 g.L ⁻¹	Rhéomètre rotatif à co-cylindres	Bingham	$\mu_B = A * e^{B(W_{min} - W)}$ $\tau_B = C * e^{D(W_{min} - W)}$ où $W_{min} = 98 \%$ teneur en eau minimale pour observer une contrainte critique de cisaillement et W teneur en eau inférieure à W_{min}
Lotito et al. (1997)	Boues activées et digérées	12 à 57 g.L ⁻¹	Rhéomètre rotatif à co-cylindres	Ostwald ou Bingham	$\mu_B, \tau_B = (A * MES + B * MES) + C$ ou $\mu_B, \tau_B = D * MES^E$. $K, n = (F * MES + G * MES) + H$ ou $K, n = I * MES^J$.
Forster (2002)	Boues activées, Boues issues d'une digestion aérobie thermophile suivie d'une digestion mésophile anaérobie	10-45 g.L ⁻¹ 25-65 g.L ⁻¹	Viscosimètre rotationnel Mesure de la contrainte de cisaillement à 4 valeurs de vitesse de cisaillement	Détermination de la contrainte critique de cisaillement	$\tau = A * MES^B$ $\tau = C * e^{(D * MES)}$
Sanin (2002)	Boues activées	5-20 g.L ⁻¹	Viscosimètre rotationnel Détermination de 6 valeurs de contrainte de cisaillement pour 6 vitesses de cisaillement appliquées	Détermination de μ_{app}	$\mu_{app} = A * e^{(B * MES)}$
Battistoni et al. (1991)	Boues de digestion anaérobie	40- 330 g.L ⁻¹	Viscosimètre rotationnel	Bingham Ostwald	Variation exponentielle ou puissance de divers paramètres avec la MVS

Monteiro, (1997)	Digestion anaérobie	20-40 g.L ⁻¹	Rhéomètre rotatif à co-cylindres	Bingham Herschel-Bulkley	Peu d'effet de la MES au cours de la digestion anaérobie. Diminution des paramètres rhéologiques au cours de l'évolution.
Battistoni, (1997)	Boues primaires, boues activées, boues digérées	8-350 g.L ⁻¹	Rhéomètre rotatif à co-cylindres	Bingham	$\tau_{HB} = Ae^{B*MES}$ ou $\tau_B = Ce^{D*MES}$ $\mu_{HB} = Ee^{F*MES}$ ou $\tau_B = Ge^{H*MES}$
Dollet (2000)	Boues activées	0-20 g.L ⁻¹	Rhéomètre rotatif à co-cylindres, double entrefer	Bingham	$\tau_B = Ae^{B*MES}$ $\mu_B = Ce^{D*MES}$
Dick et Ewing (1967)	Boues activées	1,5-9 g.L ⁻¹	Rhéomètre rotatif à co-cylindres	Bingham	$\tau_B = Ae^{B*MES}$
Slatter (1997)	Boues digérées	32-66 g.L ⁻¹	Viscosimètre capillaire	Herschel Bulkley	$\tau_{HB} = A*(MES^3/MES_{max} - MES)$ $K = \mu_{eau}*(1 - MES/MES_{max})^{-B}$ $m = 1 - C*MES^2 - D*MES$
Baudez (2001)	Boues pâteuses destinées à l'épandage agricole	Fraction volumique (ϕ) : 0,110 à 0,126	Rhéomètre rotatif à co-cylindres ou plan parallèle	Burgers Herschel-Bulkley	$\lambda = A*e^{-B*\phi}$
Behn (1962)	Boues digérées	10-147 g.L ⁻¹	Viscosimètre capillaire et rhéomètre rotatif à co-cylindres	Ostwald	$K = A*MES^B$ $n = C - D*\log(MES)$
Chavarria (1980)	Boues primaires	7,7-36 g.L ⁻¹	Rhéomètre rotatif à co-cylindres	$\text{Log} \gamma = \alpha + \beta*\text{log} u$	$\alpha = A + B*\text{log} MES$ $\beta = C*MES - D$
Sutapa (1996)	Boues activées d'effluents domestiques, d'industrie et de pilote de laboratoire	3,3-42 g.L ⁻¹	Rhéomètre rotatif à co-cylindres, double entrefer	Sisko	$\mu_{inf} = A*10^{B*MES}$ $K = C*10^{D*MES}$ $\text{Log}(n) = E + F*\text{log}(MES)$
Moeller et Torres (1995)	Boues primaires et secondaires, boues de digestion aérobie et anaérobie	7-13 g.L ⁻¹	Rhéomètre capillaire	Ostwald	

III Facteurs influençant la rhéologie des boues.

III.1 La teneur en matière solide.

La teneur en matière solide est reportée comme étant l'un des facteurs principaux affectant la rhéologie des boues. Ainsi, pour des fluides ayant un caractère newtonien et pour des concentrations en matière solide pas trop élevées, la viscosité est donnée par l'équation de Einstein (15) :

$$\mu = \mu_0.(1 + \phi/2) / (1 - \phi)^2 \cong \mu_0.(1 + 2.5.\phi) \quad \text{équation (15)}$$

μ et μ_0 représentent respectivement les viscosités de la suspension et du solvant et ϕ représente la fraction volumique occupée par les particules. Cette équation montre que l'augmentation de la viscosité peut être obtenue soit par une augmentation de la fraction solide soit par l'incorporation d'eau au sein des particules.

Pour des fluides au caractère non newtonien tels que les boues, la littérature fait état de nombreuses études visant à déterminer la relation entre les paramètres rhéologiques d'échantillons de boue et leur teneur en matière solide. Les résultats obtenus lors de diverses études sur des échantillons de boues de nature différente sont reportés dans le tableau 5.

Il ressort de ces études que deux relations principales relient l'évolution des paramètres rhéologiques avec la teneur en matière solide : une loi de type exponentielle ou bien une loi de type puissance.

Ce type de comportement atteste de l'importance du rôle joué par la fraction solide dans la définition du comportement rhéologique de la boue, la forte modification des interactions hydrodynamiques liée à l'augmentation de la MES entraîne une forte augmentation de la valeur des paramètres couramment utilisés pour décrire le comportement rhéologique de la boue (viscosité, contrainte de cisaillement, coefficient de fluidification...). La diminution de la teneur en eau interstitielle au profit de l'augmentation de la teneur en floes de boues entraîne un fort accroissement des interactions entre particules qui rend l'écoulement de la boue plus difficile et induit donc une augmentation de la valeur des paramètres rhéologiques décrivant l'écoulement.

III.2 La température.

La température est l'un des facteurs susceptible d'avoir une forte influence sur les caractéristiques rhéologiques de nombreux matériaux. Pour les boues, assez peu d'études ont été menées pour tester cette influence, du fait que peu de procédés de traitement induisent de fortes variations de température. Manoliadis et Bishop (1984) notent une faible influence de la température sur la viscosité de Bingham de boues, ils ont par contre montré que la contrainte de cisaillement de Bingham diminuait de façon exponentielle avec la température. Behn (1962), pour des boues digérées, reporte un faible effet de la température sur la rhéologie de la boue en comparaison avec celui de la teneur en solide. Battistoni (1997) présente la viscosité et la contrainte de Bingham comme diminuant avec une augmentation de la température selon une équation du type μ_B ou $\tau_B = A.e^{B/T}$.

IV Relation entre le comportement rhéologique de la boue et la physico-chimie des floes.

IV.1 Charge de surface.

La charge de surface portée par les floes de boues est souvent présentée comme ayant une forte influence sur leur comportement rhéologique, notamment du fait que les phénomènes interactionnels entre floes gouvernent pour une large part le comportement rhéologique de telles suspensions.

Forster (1981) montre pour un échantillon de boues activées que la viscosité apparente de la boue diminue en même temps que la charge de surface des floes tend vers une charge nulle, suggérant par là même que l'évolution de ces deux paramètres est étroitement liée. Forster confirme et précise ces résultats lors de travaux menés sur des boues issues de digestions aérobie et anaérobie (1982) pour lesquelles il montre clairement que leurs caractéristiques rhéologiques sont dépendantes de la charge de surface portée par les particules constitutives de ces boues. Il indique que cette relation est contrôlée par deux paramètres : la force ionique du milieu et la nature de la surface des floes de boues (composition biochimique notamment). Ainsi, il montre que la digestion enzymatique d'une partie de la fraction polysaccharidique portée par les floes induit une diminution de la viscosité. Dans une étude de 1983, ce même auteur montre pour des échantillons de boues activées que les protéines et les polysaccharides sont les constituants biochimiques les plus importants dans la détermination de la viscosité de la boue et que pour des boues digérées, ce sont les lipopolysaccharides et les protéines dont le

rôle devient primordial dans la détermination des propriétés de surface des floccs et donc de la viscosité.

Sanin (2002) souligne l'importance des modifications des interactions de type électrostatique, ainsi, il montre qu'une diminution du pH ou bien une augmentation de la force ionique induisent une compression de la double couche électronique entourant les particules de boue et génère une décroissance de la viscosité apparente des suspensions de boues.

Forster (2002), sur des boues issues d'un digesteur anaérobie, montre que la charge de surface portée par les particules de boues et la contrainte de cisaillement sont étroitement liées, une augmentation des interactions de type surface-surface conduisant à une augmentation de la contrainte de cisaillement.

Il apparaît donc, aux vues de ces études, que la charge de surface influe fortement sur la détermination du comportement rhéologique de la boue, de par la nature des interactions mises en jeu. La modification de la charge de surface, outre les modifications interactionnelles qu'elle peut induire, peut entraîner des modifications structurelles importantes des floccs qui peuvent avoir une incidence notable sur la rhéologie des boues. Pour exemple, l'ajout de flocculant à de la boue, en plus de modifier la charge de surface, modifie l'état de flocculation et génère une modification du comportement rhéologique de la boue (Dentel *et al.* 2000 ; Yen *et al.* 2002).

IV.2 Structure des floccs.

Certains auteurs ont essayé de relier la structure des floccs avec l'évolution de certains paramètres rhéologiques. Ainsi, Mikkelsen (2001) a montré l'existence de corrélations entre la teneur en particules fines de boues activées, leur résistance à la filtration (quantifiée par le CST) et leurs propriétés rhéologiques. Dagot *et al.* (2001) mettent en évidence le comportement rhéologique particulier de boues activées présentant un foisonnement filamenteux grâce au suivi du paramètre rhéologique de type surface d'hystérèse. Yen *et al.* (2002) suivent l'évolution de ce même paramètre avec l'ajout de flocculant et montrent qu'il témoigne de variations dans la structure des floccs. Abu-Orf et Dentel (1997) montrent que la contrainte critique de cisaillement de boues flocculées augmente lorsque le gradient d'agitation appliqué diminue, témoignant ainsi de la sensibilité de mesures rhéologiques à la structure des floccs et aux forces responsables de leur cohésion.

V Utilisation pratique de la rhéologie des boues.

La détermination des lois de comportement rhéologique des boues doit mener à une meilleure compréhension de leurs propriétés physiques. L'utilisation des paramètres qui en découle peut se révéler pertinente dans plusieurs domaines distincts, notamment pour une définition optimale de la consistance de la boue en post-traitement, pour l'optimisation de certains procédés de traitement ou bien lors de la définition de schémas de pompage.

V.1 Détermination de schémas de pompage, dimensionnement.

La détermination du schéma de pompage pour le transport des eaux usées dans les unités de traitement revêt une grande importance. Un des facteurs à prendre en considération lors des calculs de dimensionnement des pompes chargées d'acheminer les boues est le phénomène de pertes de charge dans les canalisations. Proff et Lohmann (1997) ont développé une méthode de calcul de perte de charge liée aux frottements visqueux dans les canalisations, celle-ci prend en compte le caractère non-newtonien des boues et nécessite la détermination de paramètres rhéologiques telle la viscosité. Coussot (1994) utilise des mesures rhéologiques pour déterminer l'écoulement de boues dans des canalisations, par extrapolation de résultats obtenus sur des plans inclinés. Sozanski *et al.* (1997) utilisent des paramètres rhéologiques telles la contrainte critique de cisaillement et la viscosité pour définir les paramètres du transport hydraulique de boues en se basant sur le nombre de Reynolds, celui-ci étant important pour la comparaison des écoulements des boues. Honey et Pretorius (2000) déterminent les paramètres de Herschel-Bulkley K et n d'une boue et les utilisent pour déterminer les pertes de charge dans des canalisations liées au caractère pseudoplastique et thixotrope de la boue. Roche *et al.* (1996) intègrent des paramètres rhéologiques tels que le seuil d'écoulement et l'énergie de cohésion de la suspension lors de l'étude de l'influence de la concentration en biomasse dans le bassin d'aération sur les valeurs minimales de vitesse et de puissance de turbines nécessaires à la remise en suspension des floccs de boues.

V.2 Stockage, épandage, transport.

Le stockage ainsi que les conditions de reprise des boues peuvent nécessiter l'emploi de techniques rhéologiques permettant la caractérisation de leur état physique qui conditionnera le choix de matériel adapté à la consistance déterminée (Lotito et Spinosa, 2003). Ainsi, la

distinction entre l'état plastique et l'état solide est primordiale en vue de la détermination du matériel d'épandage ou de pompage utilisé. Une des voies d'élimination des boues issues des filières de traitement des eaux usées est l'épandage agricole. La reprise et l'épandage des boues nécessitent une bonne connaissance ainsi qu'une bonne maîtrise de leur consistance, notamment pour la réalisation d'un épandage homogène garant d'un apport en intrants organiques régulier sur les parcelles (Baudez *et al.* 1998). L'optimisation de la consistance des boues peut aussi se révéler utile pour réduire au minimum les coûts de transport des boues (Lotito et Spinosa 2003). La rhéologie fournit un outil appréciable pour la gestion des boues de post-filière de traitement. Les indications quant à la qualité des boues fournies par de telles mesures doivent permettre, outre une optimisation des processus de stockage, épandage et transport des boues, une réduction des volumes de boues produits et transportés par une bonne adéquation entre le matériel choisi et le produit à traiter.

V.3 Optimisation de procédés de traitement.

L'utilisation de mesures rhéologiques, outre la caractérisation de boues sorties de la filière de traitement proprement dite, peut se révéler utile via la détermination d'indicateurs de qualité des boues à diverses étapes des procédés de traitement.

V.3.1 Utilisation d'indicateurs de qualité en boues activées.

Quelques travaux ont été réalisés sur la caractérisation rhéologique des boues activées et sur la comparaison des paramètres rhéologiques obtenus avec des paramètres physico-chimiques autres les caractérisant. On trouve dans la littérature, en particulier des travaux fournissant des indicateurs à même d'être utilisés directement pour permettre le monitoring de la qualité de la boue ou l'optimisation de procédés de traitement.

Dick et Ewing (1967) suggèrent l'utilisation de la viscosité apparente de la boue comme outil pour le suivi et le contrôle de la charge organique en boues activées. Dick (1970) a montré que la contrainte critique de cisaillement et l'ampleur dont la boue s'éloigne de son aptitude idéale à l'épaississement étaient reliées. Kawase et Moo-Young (1991) montrent que le coefficient global de transfert de masse d'oxygène décroît de façon proportionnelle à la viscosité apparente de la boue suivant la relation $\mu_{app}^{-0,25}$. Sutapa (1996) trouve le même type de relation sur des boues activées mais avec un exposant négatif différent. Seyssiecq *et al.* (2003) se basant sur les résultats obtenus par plusieurs auteurs définissent la tendance

d'évolution concernant le coefficient de transfert de masse global en fonction de μ_{app} de la façon suivante : $k_L a \propto \mu_{app}^{-z}$ avec $0,25 < z < 0,84$. Ce genre de corrélation peut être utilisé pour l'optimisation des conditions d'oxygénation des boues en bioréacteurs de dépollution.

Des mesures rhéologiques peuvent également fournir de informations concernant l'évolution de la qualité de la boue ainsi que des processus de défloculation ou de transferts de matières lors de suivi de l'évolution de la qualité des boues au cours de divers processus de traitement (Monteiro 1997 ; Battistoni 1997). Dollet (2000) et Dagot *et al.* (2001) utilisent le paramètre rhéologique "surface d'hystérèse" comme outil de détection de la croissance filamenteuse au sein de la biocénose de boues activées. Yen *et al.* (2002) propose l'utilisation de la surface d'hystérèse développée par les rhéogrammes pour décrire la solidité des structures formées par des boues floculées.

Dollet (2000) a montré des différences notables dans la valeur des paramètres de Bingham selon l'état de floculation des boues activées. Ainsi, la création de dysfonctionnements artificiels donne lieu à des variations importantes de ces paramètres dont l'interprétation est à même de fournir des indications sur la qualité de la boue. Il montre de surcroît que ce type de mesures mené sur des boues activées faiblement concentrées issues de bassin d'aération est sensible à la structure et à la composition des floes.

V.3.2 Conditionnement des boues.

L'utilisation de paramètres rhéologiques pour optimiser la phase de conditionnement des boues fait l'objet de l'application la plus fréquente d'index rhéologiques à l'échelle de l'exploitation d'unités de traitement des boues.

Campbell *et al.* (1989) ont observé que la contrainte critique de cisaillement de boues conditionnées augmentait suite à l'addition de polymères jusqu'à l'emploi de la dose optimale. Ils proposent donc d'utiliser ce type de paramètre comme outil d'optimisation de dosage des polymères ajoutés à la boue. Les phénomènes de pontage entre floes initiés par les polymères étant identifiés comme responsables de l'augmentation de la contrainte critique de cisaillement, le pic alors obtenu indiquant le point de rupture de la structure résistante créée par l'adjonction de polymères. Dentel *et al.* (1997, 2000), Abu-Orf et Dentel (1999) complètent ces résultats en étudiant la validité de telles mesures par le biais de tests de reproductibilité et d'études en laboratoire mais aussi à l'échelle d'une chaîne de traitement. Ils comparent de surcroît les résultats obtenus à partir des mesures rhéologiques à des indicateurs pertinents du conditionnement des boues telles la détermination du courant de diffusion

(streaming current), paramètre qui permet d'atteindre indirectement la charge des particules, de manière analogue à la détermination du potentiel zéta. Gasnier *et al.* (1986) rapportent des résultats semblables concernant l'utilisation de mesures viscosimétriques de boues flocculées afin de déterminer la dose optimale de polymère flocculant à ajouter. Trochu et Philipot (1993) présentent l'utilisation de mesures viscosimétriques auxquelles sont asservies les doses de chaux ajoutées aux boues d'une station d'eau potable. Ils précisent que l'index rhéologique permet un meilleur conditionnement des boues que ne pourrait le permettre un simple asservissement à la concentration des boues épaissies.

VI Conclusions sur les propriétés rhéologiques des boues.

La forte hétérogénéité des éléments constitutifs de la boue rend ce matériau difficile à caractériser par rapport à des suspensions parfaitement définies constituées d'entités identiques. Il est difficile d'obtenir une description des propriétés des boues qui soit à la fois basée sur des fondements théoriques parfaitement rigoureux et qui puisse en même temps fournir des indicateurs utiles d'un point de vue ingénierie. Il n'existe de surcroît pas de tests standardisés pour la caractérisation des boues, notamment du fait de la diversité du matériel et des modes de mesures employés, eux-mêmes dépendant du type de boue analysé. Ainsi, à qualités de boues proches ou identiques, la définition de certains paramètres telle la valeur de la contrainte critique de cisaillement peut donner lieu à de fortes variations selon les auteurs. Les applications de mesures rhéologiques actuellement utilisées pour le contrôle ou l'optimisation de procédés consistent principalement en la définition de la consistance de la boue en fin de filière en vue d'épandage ou bien en la détermination de la dose optimale de polymère injectée lors du conditionnement des boues. La caractérisation rhéologique des boues de natures différentes se révèle également pertinente en vue de la définition de schémas de pompage.

L'évolution de paramètres rhéologiques avec la qualité de la boue a aussi été étudiée et parfois comparée avec l'évolution de paramètres physico-chimiques autres afin d'apprécier la pertinence de mesures rhéologiques, c'est-à-dire l'éventuel apport d'informations complémentaires de la rhéologie par rapport à des mesures plus classiques d'indicateurs témoins de la qualité de la boue.

En raison de la forte dépendance des paramètres rhéologiques avec les interactions affectant les floccs ainsi qu'avec des phénomènes affectant leur structure, des mesures

rhéologiques menées sur des boues activées peu concentrées laissent entrevoir la possibilité de définition d'indicateurs de qualité de boues activées issues de bassin d'aération.

VII Conclusion générale sur la synthèse bibliographique.

L'étude bibliographique a permis de rappeler des notions importantes concernant la biofloculation et la structure des floccs. La connaissance du mode de croissance des floccs, des phénomènes physico-chimiques à l'origine de l'agrégation des floccs ainsi que des phénomènes interactionnels affectant les floccs revêt une grande importance pour permettre une meilleure maîtrise du procédé de traitement des eaux usées par boues activées.

La rhéologie s'intéresse à la description des propriétés de matériaux sous l'influence de contrainte, la théorie attachée à ce domaine d'étude a été décrite dans le chapitre II. Les comportements des matériaux en écoulement se révèlent pouvoir être très différents selon les propriétés des matériaux. Ceci est aussi valable pour les boues, le chapitre III a permis d'exposer en particulier les travaux relevés dans la littérature concernant la rhéologie des boues et a permis de relever des différences appréciables de comportement rhéologiques des boues, informations qui peuvent s'avérer utiles pour l'optimisation de procédés de traitement ou bien pour parvenir à une meilleure gestion des phases de gestion de la boue en post-traitement.

Il apparaît donc intéressant d'étudier le comportement en écoulement de boues activées issues de bassin d'aération pour essayer d'établir des liens entre leurs caractéristiques rhéologiques et leur état de floculation.

**PARTIE B : MATERIELS, MODES DE
CARACTERISATION ET DE
CONDITIONNEMENT DES BOUES**

I Conditionnement des boues.

I.1 Prélèvement des boues activées.

Les prélèvements sont effectués en sortie de bassin d'aération de sept stations d'épuration (STEP) (échantillons notés de A à G) travaillant en faible charge. Quelques caractéristiques concernant le dimensionnement et le type d'effluents de ces différentes unités de traitement sont consignées dans le tableau 6.

Tableau 6 : Caractéristiques de fonctionnement des stations d'épuration dans lesquelles les échantillons de boues activées sont prélevés.

Nom de la STEP	Capacité de traitement en équivalent-habitant	Type d'effluents traités	Charge volumique kg DBO ₅ /m ³ /j
A	285000	90 % domestiques et 10 % industries	0,29
B	22500	80 % domestiques, 20 % effluents de laiterie et de cartonnerie	1,02
C	7500	95 % domestiques, 5 % industries	0,30
D	200	100 % domestiques	0,11
E	4000	95 % domestiques, 5 % industries	0,15
F	500	100 % domestiques	0,09
G	1000	100 % domestiques	0,25

Un indice supplémentaire sera affecté à la dénomination des échantillons, à savoir un chiffre pour les prélèvements réalisés sur une même STEP mais à des dates différentes (mesures effectuées directement sur les boues prélevées ou issues des boues de réacteurs discontinus, par exemple, A₁, A₂). La lettre F sera ajoutée en indice pour les boues conditionnées en réacteurs continus pour signifier leur caractère filamenteux, plus un indice supplémentaire sous la forme d'un chiffre pour signifier une date de prélèvement différente de l'échantillon (par exemple A_{F1}, A_{F2}).

La diversité des effluents reçus par chaque station ainsi que leurs spécificités techniques laissent entrevoir la possibilité d'obtenir des qualités de boues variées et donc d'états de floculation différents selon le prélèvement, qu'il peut être intéressant de caractériser par des mesures rhéologiques.

I.2 Réacteurs discontinus.

Les mesures sur les boues issues des réacteurs discontinus sont réalisées le jour même du prélèvement, dans des délais aussi faibles que possible. Toutefois, pour certaines études, la boue est soumise à une légère aération permettant la restauration de conditions aérobies lorsque le délai entre le prélèvement des échantillons et la mesure excède deux heures afin de ne pas modifier trop fortement la qualité des boues en maintenant les conditions respiratoires des bactéries proches de celles rencontrées en bassin d'aération.

I.3 Réacteurs dynamiques.

Le pilote utilisé est composé d'un réacteur cylindrique de 11 litres permettant une aération et un apport en nutriments en continu. Un diffuseur disposé dans le fond du réacteur permet une aération homogène et le maintien en suspension de la totalité de la liqueur mixte. L'aération et l'apport en solution nutritive peuvent être modulés de façon à simuler des dysfonctionnements au sein du réacteur et créer ainsi des conditions favorables au développement de prolifération de bactéries filamenteuses (ou bulking filamenteux).

Le dispositif est complété par un décanteur recueillant la sur-verse, le surnageant est éliminé et la boue récupérée puis réinjectée de manière discontinue (une fois par jour) dans le réacteur de boues activées.

La solution nutritive est fournie en continu à l'aide d'une pompe péristaltique, elle est composée de la sorte : 5,4 mL d'extrait de viande, 0,29 g de glucose, 0,23 g de chlorure d'ammonium et 1,2 mL d'acide orthophosphorique par litre d'eau. Cette solution nutritive présente une Demande Chimique en Oxygène de 2100 mg d'O₂ par litre, elle est fournie à raison de 0,25 L.h⁻¹ mais ce débit est susceptible d'être modulé.

II Caractérisation des boues activées.

II.1 Détermination des caractéristiques physico-chimiques.

II.1.1 Teneurs en matières en suspension (MES) et en matière volatile en suspension (MVS).

La détermination des MES des différentes boues activées utilisées résulte de l'application de la norme AFNOR NF T 90-105-2. Les boues sont centrifugées (centrifugeuse JOUAN MR23i) à 4500 tours.min⁻¹ pendant 20 minutes, le culot est récupéré et mis séché à l'étuve à 105 °C, jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Les MVS sont déterminées en pesant le résidu de boues suite à une calcination au four à 550 °C pendant trois heures.

II.1.2 Paramètres caractérisant la sédimentation des boues.

II.1.2.1 Indice de boue (SVI).

Le SVI représente le volume occupé par un gramme de boue après trente minutes de décantation dans une éprouvette d'un litre. Il est calculé en formant le rapport du volume de boue décanté après trente minutes avec la concentration en MES de l'échantillon introduit dans l'éprouvette, il est exprimé en mL.g⁻¹, les plus fortes valeurs indiquant une faible aptitude à la sédimentation. La validité d'une telle mesure repose sur l'obtention d'un volume de boue décanté compris entre 100 et 300 mL, la mesure nécessite donc parfois la dilution des échantillons de boues. La détermination de cet indice dans la description de l'aptitude à la décantation des boues demeure largement répandue en exploitation (Bye et Dold 1998).

II.1.2.2 Vitesse de sédimentation initiale (ZSV).

Les mesures sont réalisées dans des éprouvettes de deux litres, elles consistent à relever la hauteur du voile de boue dans l'éprouvette à intervalles de temps réguliers. La grandeur ZSV est exprimée en cm.s⁻¹, elle dépend fortement de la concentration en MES et traduit de manière dynamique l'aptitude à la sédimentation de la boue. La vitesse de sédimentation initiale correspond à la vitesse initiale, déterminée par la pente de la droite dans la zone de sédimentation (figure 10).

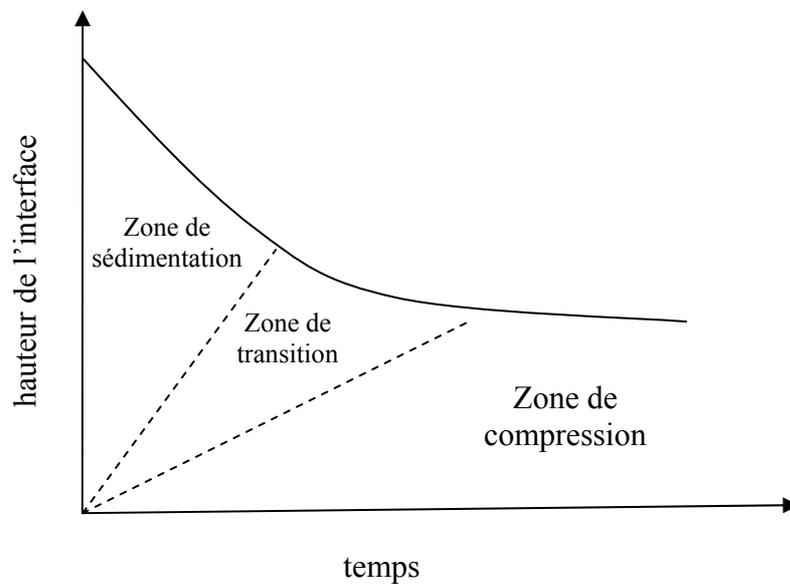


Figure 10 : Courbe de sédimentation de l'interface des boues (H) en fonction du temps d'observation (t).

II.1.2.3 Flux de sédimentation initial (F_0).

Il est obtenu en multipliant la vitesse initiale de sédimentation ZSV par la teneur en MES de la liqueur mixte, il permet de s'affranchir du paramètre teneur en MES de la boue et ainsi de comparer les valeurs obtenues entre diverses boues.

II.1.3 pH-métrie, conductivité.

Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre CRISON (micro pH2000).

La conductivité est mesurée à l'aide d'un conductimètre LF538 WTW.

II.1.4 Temps de succion capillaire.

Le temps de succion capillaire, plus communément nommé CST (capillary suction time) est déterminé à l'aide d'un CST-mètre de marque TRITON type 130 (TRITON Electronics Ltd.). Il correspond au temps mis par l'eau pour parcourir une distance fixée dans un papier filtre. Il constitue une méthode simple et rapide pour caractériser la déshydratabilité d'une

boue à travers la mesure de sa filtrabilité (Vesilind 1988 ; Chen *et al.* 1996). Les plus fortes valeurs de CST indiquent une faible filtrabilité de la boue. Pour un même échantillon de boue, le CST est fortement dépendant de la teneur en matière sèche et dans une moindre mesure de paramètres tels la température et la viscosité de la boue, il est donc impératif de tenir compte de l'influence de ces facteurs lors de l'interprétation des mesures de CST réalisées.

II.1.5 Zétamétrie.

Le potentiel zéta des particules présentes dans le surnageant après 5 minutes de centrifugation ($3500 \text{ tours} \cdot \text{min}^{-1}$) des échantillons de boues activées est déterminé grâce à un zétamètre SEPHY Z3000 équipé avec un microscope Nikon MTV 1802 CB. Cette méthode est utilisée pour prévenir les problèmes de sédimentation des particules dans la cellule de mesure qui nuiraient à la détermination du potentiel zéta, elle dérive de celle employée par Lee et Liu (2001). Le problème de la représentativité de la détermination de la charge de telles particules par rapport à celle portée par des floccs de dimensions bien supérieures peut être en partie éludé en comparant les valeurs de potentiel zéta obtenues pour ce type de mesures avec celles de la littérature pour un même type de boues et dans des conditions similaires. Il s'avère que des essais préliminaires ont montré qu'elles sont tout à fait comparables.

La valeur du potentiel zéta est obtenue par conversion de la mesure de la mobilité électrophorétique des particules grâce à la relation de Smoluchowski.

II.1.6 Turbidimétrie.

Les mesures de turbidité des échantillons de boues activées ne sont pas réalisées directement sur ces derniers mais sur le surnageant issu de ceux-ci, suite à une centrifugation. La turbidité du surnageant des échantillons de boues est mesurée après 5 minutes de centrifugation à $3500 \text{ tours} \cdot \text{min}^{-1}$, à l'aide d'un turbidimètre HACH 2100 N. Les résultats sont exprimés en NTU (nephelometric turbidity units).

II.2 Détermination de la teneur en sucres.

La détermination de la teneur en sucres des échantillons de boues activées est réalisée en utilisant la méthode décrite par Dubois *et al.* (1956). Avant dosage, les échantillons collectés sont soumis à une centrifugation (5 minutes à 4000 g). Le culot contenant la boue est

récupéré, le surnageant est alors éliminé et remplacé par un volume identique d'eau ultrapure, ceci afin de doser exclusivement les sucres incorporés aux floccs et aux filaments et éviter les problèmes d'interférence avec les sucres présents dans le surnageant. Finalement, les échantillons de boues sont broyés (une minute à l'ultra-Turrax T25) par souci d'homogénéisation de l'échantillon.

II.3 Observation par microscopie optique des floccs de boues activées.

L'observation des floccs de boues activées est réalisée à l'aide d'un microscope optique ZEISS Axiolab équipé d'une caméra vidéo (Sony SSC 18 P) reliée à un PC permettant l'acquisition d'images. Un grossissement de 400 est employé lors de la capture d'images de floccs. Ce type de matériel est utilisé d'une part pour confirmer la présence de floccs filamenteux et d'autre part d'effectuer un suivi qualitatif et semi-quantitatif de l'évolution de la prolifération de bactéries filamenteuses lors des suivis d'évolution des divers bulkings filamenteux recréés à l'échelle des pilotes de laboratoire.

II.4 Détermination des incertitudes de mesures.

Les mesures concernant les différents paramètres rhéologiques et le potentiel zéta sont effectuées en quintuplat, l'écart type moyen entre ces mesures par rapport à la valeur moyenne est considéré comme l'incertitude afférente au protocole de mesure employé.

La détermination du CST et de la turbidité du surnageant a donné lieu à des mesures en triplicat, la valeur présentée est la moyenne de ces trois mesures.

III Mesures rhéologiques.

III.1 Mode de mesure employé.

Du fait de la nature même du matériau utilisé et plus particulièrement de sa faible teneur en matière sèche, à savoir au maximum de l'ordre de 20 g.L⁻¹ et inférieur ou égal à 10 g.L⁻¹ pour la plupart des échantillons analysés, il s'avère impossible de réaliser des mesures en mode dynamique. Les mesures sont donc réalisées en écoulement simple, en veillant à imposer une vitesse de cisaillement suffisante pour maintenir la boue en suspension et prévenir ainsi les problèmes de sédimentation dans la cellule de mesure, tout en prenant garde

à ne pas imposer de vitesses de cisaillement trop élevées qui pourraient générer l'apparition de zones de turbulences.

III.2 Caractéristiques techniques du rhéomètre.

III.2.1 Appareillage.

L'appareil utilisé est un rhéomètre rotatif cylindrique (PAAR Physica, modèle MC100, figure 11). La cellule de mesure utilisée (Z1 DIN, figure 12) présente un double entrefer, elle a été choisie pour sa sensibilité (0,1 mPa.s). Elle nécessite un volume V d'échantillon de boue de 17 mL pour chaque mesure.



Figure 11 : rhéomètre PHYSICA MC100.



Figure 12 : cellule de mesure Z1 DIN à double entrefer.

III.2.2 Logiciel d'acquisition et de traitement des données.

Le rhéomètre est couplé à un PC et le logiciel US200 permet d'une part la programmation et l'exécution de divers protocoles de mesures et d'autre part, l'acquisition et le traitement des données fournies par l'appareillage de mesure.

Le logiciel permet en outre le calcul des différents paramètres rhéologiques selon la modélisation choisie pour l'écoulement ainsi qu'une visualisation instantanée des rhéogrammes.

III.3 Conditions d'échantillonnage.

Après prélèvement dans le bassin de boues activées, les échantillons sont passés sur un tamis de 2 mm afin d'ôter les plus gros débris présents. Une homogénéisation précautionneuse de l'échantillon est ensuite nécessaire avant son introduction dans la cellule de mesure, ceci afin de pallier à l'apparition de phénomènes de gradients de concentrations ou de ségrégation de taille de floccs. Pour ce faire, une lente agitation à l'aide d'une tige en verre le long des parois du réacteur contenant la boue est effectuée, de manière à ne pas trop perturber l'état de floculation.

Pour certaines études nécessitant une pré-concentration de la boue, une sédimentation gravitaire est d'abord employée et le cas échéant, notamment pour l'atteinte de concentrations en MES supérieures à 10 g.L^{-1} , une centrifugation (1 minute à 1500 tours par minute) est mise en œuvre afin d'éliminer le surnageant excédentaire.

Les mesures sont effectuées à température ambiante $20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

PARTIE C : PARTIE EXPERIMENTALE

CH I - PROPRIETES RHEOLOGIQUES DE BOUES ACTIVEES.

Cette section vise à exposer les principales caractéristiques rhéologiques de boues activées issues de bassin d'aération de STEP et à déterminer les paramètres rhéologiques les plus significatifs pour leur description. Les choix des protocoles de mesure utilisés ainsi que celui des paramètres rhéologiques seront explicités. La dépendance de ces paramètres vis-à-vis de la teneur en MES des boues ainsi que leur sensibilité à la qualité de la boue sont présentées en fin de chapitre.

I Partie expérimentale.

I.1 Gamme de vitesse de cisaillement exploitable.

Pour que la détermination des paramètres rhéologiques demeure valide, les mesures sur les échantillons de boues doivent être réalisées en régime laminaire. Ceci revient à dire qu'une vitesse limite de cisaillement ne doit pas être dépassée afin de ne pas atteindre le régime turbulent pour lequel les équations régissant le calcul des paramètres rhéologiques deviennent inutilisables.

La vitesse de cisaillement maximale imposable pour conserver un régime laminaire est évaluée par le calcul du nombre de Taylor. La formule simplifiée utilisée est propre à la géométrie et aux dimensions du mobile de mesure. Il marque les conditions auxquelles apparaissent des vortex intermittents (tourbillons de Taylor) qui perturbent l'écoulement laminaire.

$$Ta = 41,3 \cdot \sqrt{\frac{R}{e}} \quad (R : \text{rayon externe, } e : \text{largeur de l'entrefer})$$

Ici : $R = 2,4 \cdot 10^{-2}$ m ; $e = 0,05 \cdot 10^{-2}$ m d'où $Ta = 286$.

Le nombre de Reynolds Re est donné par la formule $Re = V \cdot e / \nu$.

Avec V : la vitesse moyenne d'écoulement, e : la largeur de l'entrefer et ν la viscosité cinématique du milieu.

Par substitution du nombre de Taylor au nombre de Reynolds, on calcule la vitesse correspondante, en prenant la viscosité cinématique de l'eau à 20 °C par défaut ($10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$), on obtient :

$$V = 0,572 \text{ m.s}^{-1} \text{ soit } \gamma = 1144 \text{ s}^{-1}$$

D'autre part, les faibles valeurs de vitesse de cisaillement doivent être évitées pour pallier aux éventuels problèmes de sédimentation de la boue à l'intérieur de la cellule de mesure, créant des gradients de concentration (phénomènes de sédimentation et de remises en suspension) à même de fausser les mesures.

Tenant compte de ces considérations, les mesures seront réalisées pour des valeurs de vitesse de cisaillement maximale γ_{max} de 1000 s^{-1} .

I.2 Conditionnement des boues.

I.2.1 Boues filamenteuses.

Les boues sont conditionnées dans le pilote de laboratoire et soumises aux conditions opératoires décrites dans la partie B (I.3).

I.2.2 Digestion aérobie.

La digestion aérobie de la boue est réalisée dans un réacteur discontinu en soumettant la boue à une aération constante, donnant pour la teneur en oxygène dissous des valeurs comprises entre 3 et 5 mg.L^{-1} . De l'eau issue du surnageant de décantation de boues est rajoutée à intervalles de temps réguliers pour compenser les pertes liées à l'évaporation.

II Présentation des protocoles de mesure utilisés.

II.1 Rhéogramme type de boues activées.

La figure 13 présente un rhéogramme type donnant l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement ($\tau = f(\gamma)$) pour un échantillon de boues

activées, la vitesse de cisaillement étant imposée de façon croissante et linéaire à l'échantillon.

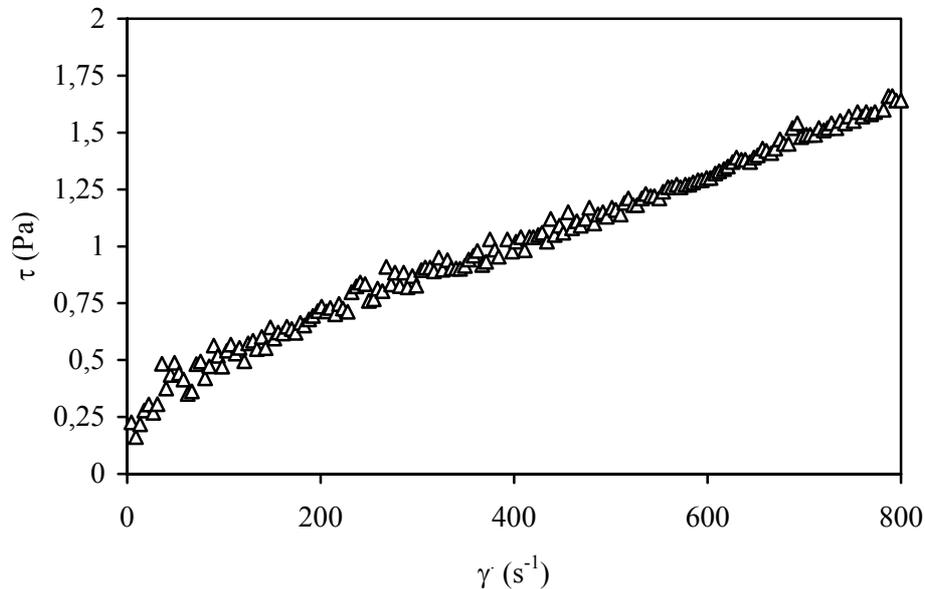


Figure 13 : Rhéogramme type de boue activée, échantillon C₁, MES = 4,6 g.L⁻¹.

Deux régions pour lesquelles la boue a un comportement différent peuvent être distinguées. Aux plus faibles valeurs de cisaillement ($0 < \dot{\gamma} < 300 \text{ s}^{-1}$), le comportement en écoulement de la boue peut être considéré comme rhéofluidifiant, le modèle semblant le plus adapté pour décrire le comportement de la boue serait alors celui de Casson (Dollet, 2000). La détermination des paramètres de ce modèle demeure toutefois délicate car pour les plus faibles valeurs de cisaillement, les mesures sont assez peu reproductibles et de forts écarts-types entre les diverses mesures peuvent être enregistrés, peut être du fait de problèmes de sédimentation de la boue dans la cellule.

Pour les valeurs de vitesses de cisaillement supérieures à 300 s^{-1} , l'écoulement devient pseudo-newtonien et le modèle de Bingham peut alors décrire convenablement le comportement rhéologique de la boue, la viscosité de Bingham (μ_B) étant alors interprétée comme la viscosité résultant d'une dispersion maximale de l'échantillon sur le domaine de vitesse de cisaillement considéré et la contrainte de cisaillement de Bingham (τ_B) représentant le seuil d'écoulement de la boue. Une extrapolation est toutefois réalisée pour l'obtention du paramètre τ_B du fait que la boue ne possède pas un comportement Binghamien sur tout le

domaine de vitesse de cisaillement exploré, ce qui entraîne une surévaluation de ce paramètre par rapport au seuil réel.

II.2 Exploitation selon les paramètres viscosité infinie (μ_∞) et contrainte infinie (τ_∞).

La figure 14 présente le rhéogramme ($\tau = f(\dot{\gamma})$) obtenu pour un échantillon de boues activées B₁, le protocole employé consiste en l'application d'une montée linéaire en vitesse de cisaillement. L'évolution de la viscosité apparente (μ_{app}) avec la vitesse de cisaillement est également représentée.

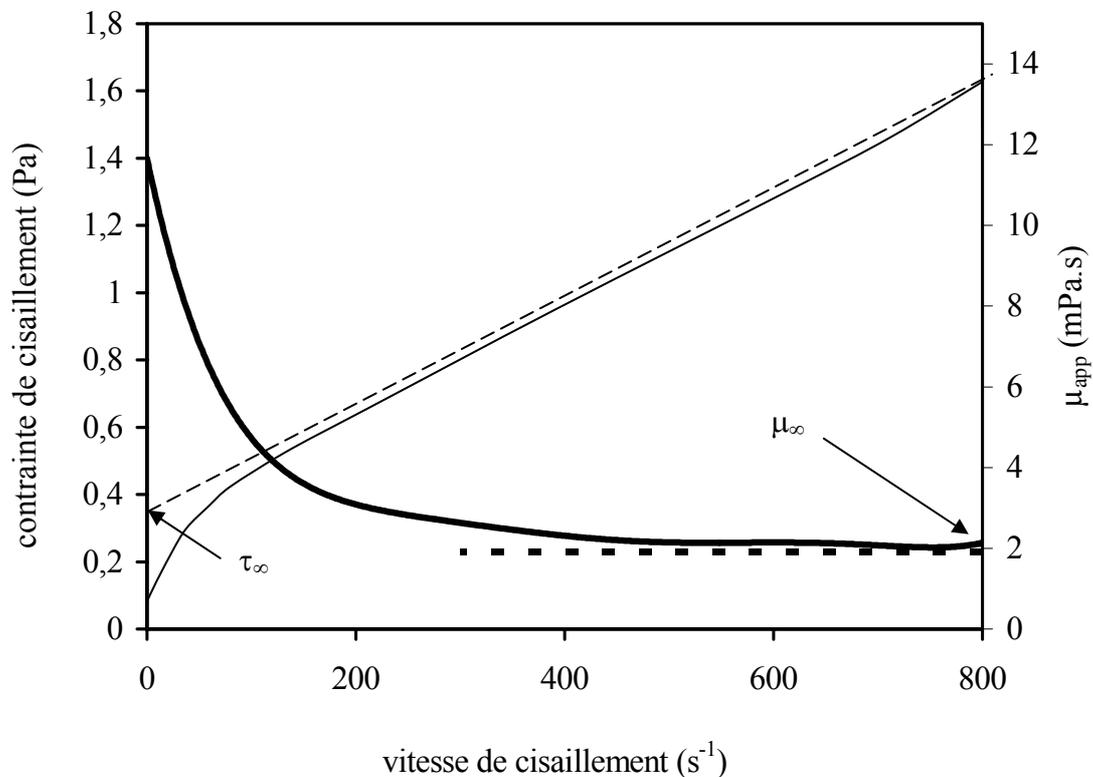


Figure 14 : Rhéogramme $\tau = f(\dot{\gamma})$ d'une boue (—) et évolution de μ_{app} (—) avec la vitesse de cisaillement pour l'échantillon B₁, MES = 5,3 g.L⁻¹.

La viscosité apparente de la boue diminue fortement jusqu'à ce que des vitesses de cisaillement supérieures à 300 s⁻¹ soient atteintes, elle se stabilise pour les plus fortes valeurs de vitesse de cisaillement. Les paramètres μ_∞ et τ_∞ s'apparentent en fait à la viscosité de Bingham (μ_B) et à la contrainte de cisaillement de Bingham (τ_B), l'appellation différente est

choisie uniquement pour rappeler que la boue n'est pas un fluide de Bingham parfait, dans la mesure où pour les plus faibles vitesses de cisaillement, le modèle n'est pas applicable.

La contrainte τ_∞ correspond à l'ordonnée à l'origine de la droite $\tau = f(\dot{\gamma})$ obtenue pour des valeurs de vitesses de cisaillement appliquées supérieures à 300 s^{-1} , elle diffère de τ_B par le fait qu'elle est obtenue par une extrapolation de l'ordonnée à l'origine d'une droite définie sur l'intervalle $300\text{-}800 \text{ s}^{-1}$.

II.3 Détermination de la viscosité à l'équilibre (μ_{eq}).

Le mode de mesure employé diffère de celui utilisé pour la détermination de μ_∞ , au lieu d'être soumis à une montée linéaire en vitesse de cisaillement, l'échantillon est maintenant soumis à une vitesse de cisaillement constante pendant 180 secondes. Le choix de la vitesse constante de cisaillement à appliquer s'est porté sur 600 s^{-1} pour ce type de mesure. Des essais préliminaires ont montré que pour des vitesses inférieures, la précision des mesures était plus faible (de l'ordre de 11 %). Pour des valeurs supérieures, soit environ jusqu'à 800 s^{-1} , la précision obtenue sur la mesure est similaire à celle obtenue pour 600 s^{-1} (environ 5 %), un effet plus fortement destructurant de l'application du protocole de mesure est par ailleurs constaté. Le choix alors effectué de prendre la valeur 600 s^{-1} pour déterminer le paramètre rhéologique μ_{eq} est donc arbitraire mais fournit un bon compromis entre des vitesses trop faibles qui pourraient générer une sédimentation des boues dans la cellule de mesure et des vitesses plus élevées pour lesquelles aucun gain appréciable de sensibilité de la mesure n'est enregistré.

La figure 15 présente l'évolution de la viscosité d'un échantillon de boue B_2 résultant d'un tel protocole de mesure.

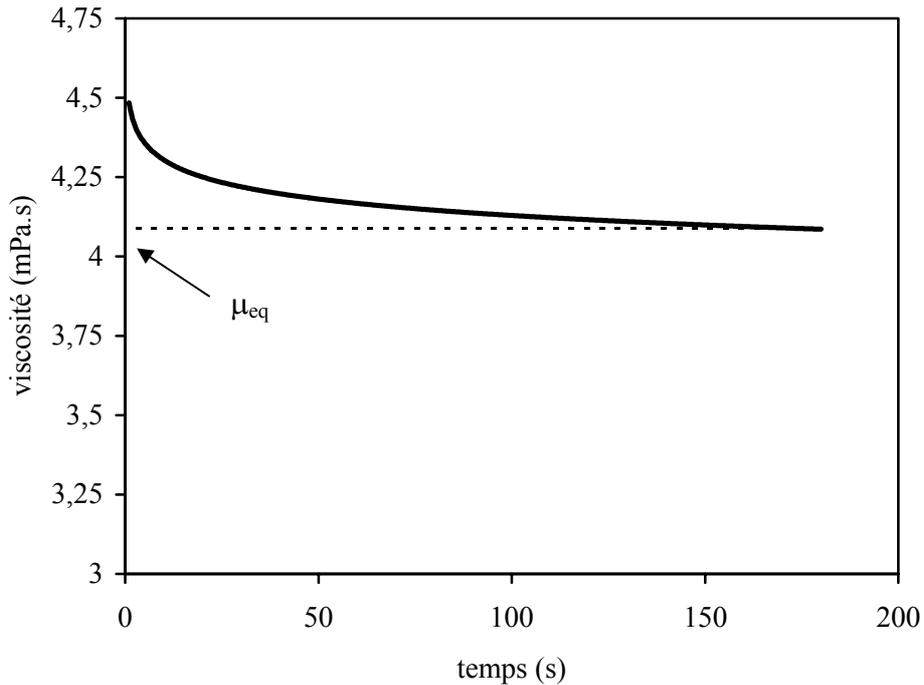


Figure 15 : Evolution de la viscosité avec le temps pour l'échantillon B₂, MES = 9,5 g.L⁻¹.

De manière analogue à précédemment, on observe une décroissance initiale de la viscosité pour les temps les plus faibles. Celle-ci devient stable pour des temps supérieurs à 100 secondes, elle est alors notée μ_{eq} .

II.4 Discussion sur l'utilisation de la viscosité ou de la contrainte de cisaillement comme paramètre rhéologique caractéristique des boues.

Pour les deux protocoles de détermination de la viscosité de suspension de boues présentés, on note que la valeur de la viscosité varie et plus particulièrement, elle diminue avec la vitesse de cisaillement qui augmente (μ_{∞}) ou bien pour des temps croissants (μ_{eq}) jusqu'à atteindre une valeur limite. La valeur de la viscosité déterminée est dépendante du protocole de mesure employé, il est donc primordial de prendre soin d'utiliser des valeurs de viscosité correspondant à un état stationnaire dans les conditions considérées afin de pouvoir établir par la suite des comparaisons significatives entre les diverses mesures. Pour le matériau considéré et dans les conditions de l'étude, les protocoles présentés satisfont à ces conditions.

Le type de comportement enregistré pour les boues activées est celui le plus fréquent pour les dispersions de particules asymétriques (Coussot et Ancey 1999). Deux hypothèses peuvent être envisagées pour interpréter ce comportement, la première consiste à admettre que les unités structurelles composant le fluide tendent à s'aligner progressivement dans le sens de l'écoulement au fur et à mesure que la vitesse de cisaillement augmente, favorisant ainsi l'écoulement des différentes couches de liquide. La seconde hypothèse consiste à envisager une modification de structure du liquide imputable à des ruptures de liaisons ou bien à une défloculation de particules. C'est cette seconde hypothèse qui est généralement avancée pour expliquer l'évolution de la viscosité pour les boues, la désagrégation partielle des floes générant des unités plus petites dont les mouvements relatifs sont plus aisés. La conjonction de ces deux hypothèses est également à même de se produire et de provoquer ce type de comportement.

Les deux valeurs de viscosités (μ_{∞} et μ_{eq}) seront utilisées pour caractériser le comportement rhéologique de la boue, elles diffèrent légèrement l'une de l'autre de par leur mode d'obtention et donc de par la déstructuration engendrée par le protocole utilisé. Aux vues des essais préliminaires réalisés avant études, il apparaît que le paramètre μ_{eq} puisse fournir une meilleure sensibilité que le paramètre μ_{∞} pour la détection de certaines variations de la qualité de boue du fait d'une plus grande amplitude de variation. Les résultats présentés ultérieurement tiennent compte de ce fait et le paramètre μ_{eq} est le plus souvent utilisé.

La détermination d'un seuil de contrainte plastique (τ_{∞}), correspondant au seuil au-delà duquel le fluide s'écoule, est plus délicate, en effet, pour les plus faibles valeurs de MES, son existence réelle est plus sujette à caution, il s'agit de surcroît d'une valeur obtenue par extrapolation de la valeur de contrainte plastique. Ainsi, Forster (2002), considère qu'en dessous de 9 g.L^{-1} , le seuil de contrainte de cisaillement est négligeable. Spinosa et Lotito (2003), utilisent une contrainte de cisaillement seuil de 30 Pa pour définir une limite au delà de laquelle l'écoulement de la boue devient problématique. Dollet (2000), en accord avec les résultats de Christensen *et al.* (1993), suggère que la contrainte de cisaillement de Bingham ne devient évidente qu'à partir de valeurs de MES de 3 g.L^{-1} .

La détermination d'une valeur de contrainte de cisaillement seuil est dépendante de l'appareillage de mesure utilisé ainsi que du protocole de mesure employé. Son interprétation en tant que valeur seuil d'écoulement proprement dite semble toutefois être liée à des teneurs en MES suffisamment importantes. τ_{∞} peut par contre être utilisée en tant que valeur de contrainte critique proportionnelle à la force nécessaire à la dispersion des floes.

II.5 Particularité des rhéogrammes de boues présentant un foisonnement de bactéries filamenteuses.

II.5.1 Rhéogramme type.

La figure 16 présente un rhéogramme obtenu selon un protocole de montée linéaire en vitesse de cisaillement (0 à 800 s⁻¹ en 3 minutes). Il s'avère que les modes d'exploitation des rhéogrammes présentés précédemment sont inutilisables dans le cas présent. En effet, en réponse à l'augmentation de la vitesse de cisaillement, une forte contrainte de cisaillement apparaît, témoignant par la même d'une forte résistance à l'écoulement initiée par la présence de bactéries filamenteuses.

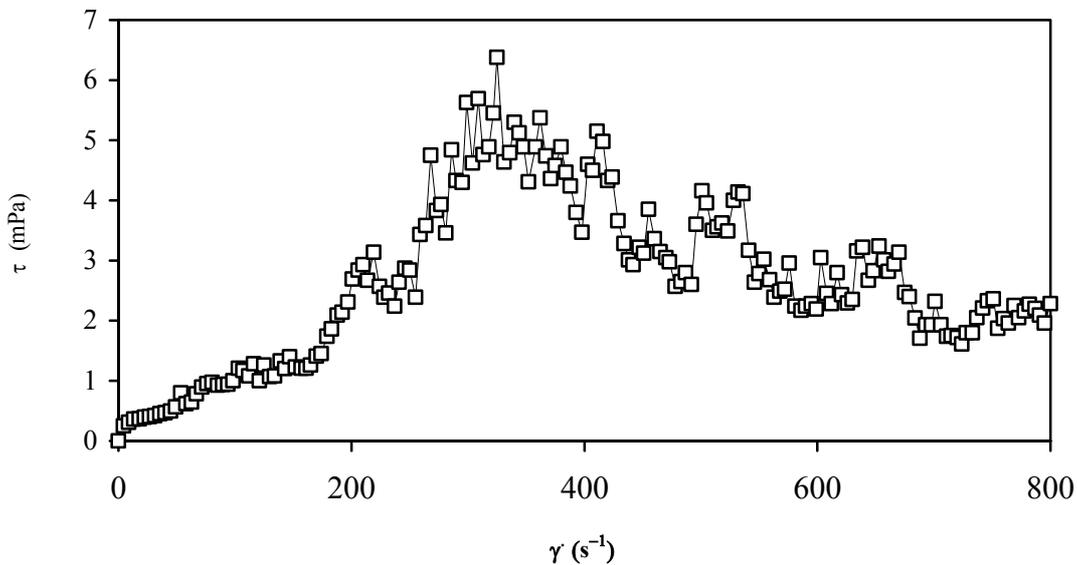


Figure 16 : rhéogramme d'une boue activée filamenteuse, A_{Fl} , $MES = 4,6 \text{ g.L}^{-1}$.

Il est impossible de déterminer une valeur de viscosité pour caractériser ce type de boue. Il a été envisagé d'utiliser la contrainte de cisaillement maximale atteinte τ_{\max} comme paramètre caractéristique de ces rhéogrammes, toutefois, les résultats obtenus pour un tel paramètre laissent apparaître une assez forte disparité des mesures engendrant une erreur trop conséquente pour faire de τ_{\max} un indicateur fiable de la caractérisation de boues filamenteuses comme indiqué dans le tableau 7.

Tableau 7 : Valeur moyenne de τ_{\max} et erreur de mesure pour plusieurs échantillons de boues filamenteuses.

Echantillon	A _{F2}	A _{F2}	B _{F2}	B _{F2}	B _{F2}
MES (g.L ⁻¹)	3,65	4,1	2,9	3,72	3,50
τ_{\max} (Pa)	4,45	8,9	2,94	6,26	4,2
Erreur de mesure (%)	14,4	19,1	9,2	12,8	18,1

Les pourcentages d'erreur obtenus sur la mesure de τ_{\max} varient entre 9,2 % et 19,1 % pour les différents échantillons, il a donc été envisagé d'utiliser un autre protocole de mesure afin d'obtenir un paramètre rhéologique caractéristique de ce particularisme qui soit plus précis.

II.5.2 Présentation du protocole de mesure et du paramètre rhéologique exploité.

Le protocole alors envisagé est présenté dans le tableau 8, il se divise en trois phases, la première consiste à impulser à l'échantillon une montée linéaire en vitesse de cisaillement de 0 jusqu'à une vitesse de cisaillement maximale (γ_{\max}) pendant t_1 , suivie d'une rampe pendant laquelle la vitesse de cisaillement demeure constante durant t_2 et enfin, la dernière rampe consiste en une descente linéaire de γ_{\max} à 0, de nouveau pendant t_1 .

Tableau 8 : Présentation du protocole de mesure.

Etape	Variation de la vitesse de cisaillement (s ⁻¹)	Durée de la rampe (s)	Mode d'accélération
1	0 à γ_{\max}	t_1	Linéaire
2	γ_{\max}	t_2	Constant
3	γ_{\max} à 0	t_1	Linéaire

Un tel protocole de mesure permet l'obtention de rhéogrammes analogues à celui présenté figure 17.

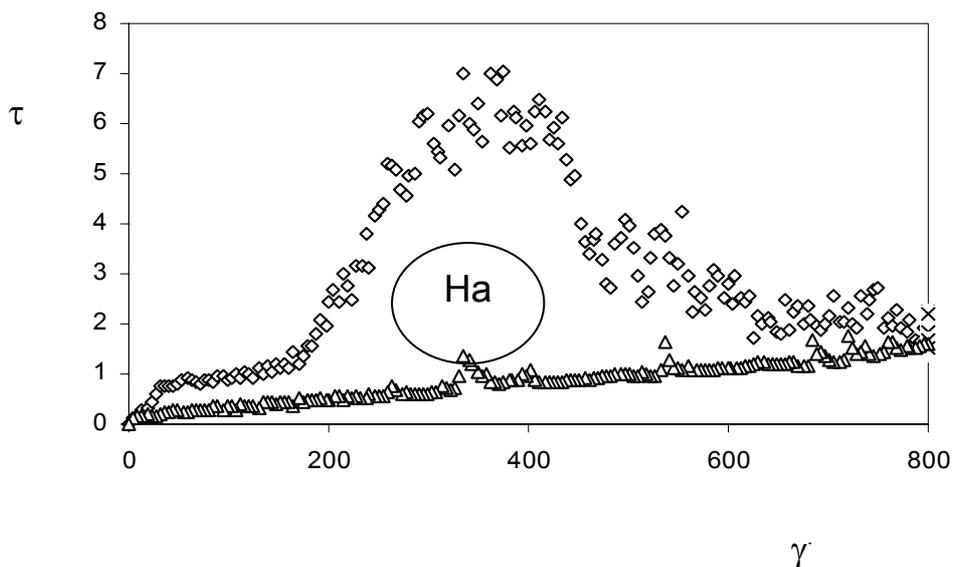


Figure 17 : Rhéogramme de boues présentant un foisonnement filamenteux, A_{FI} , $MES = 5,0$ $g.L^{-1}$ (\diamond étape 1, \times étape 2, Δ étape 3).

L'utilisation d'un tel protocole laisse apparaître des rhéogrammes développant une forte surface d'hystérèse, les courbes de montée et descente en vitesse de cisaillement sont fortement asymétriques, contrairement à ceux que l'on obtient pour des boues activées ne présentant pas de foisonnement filamenteux (figure 18).

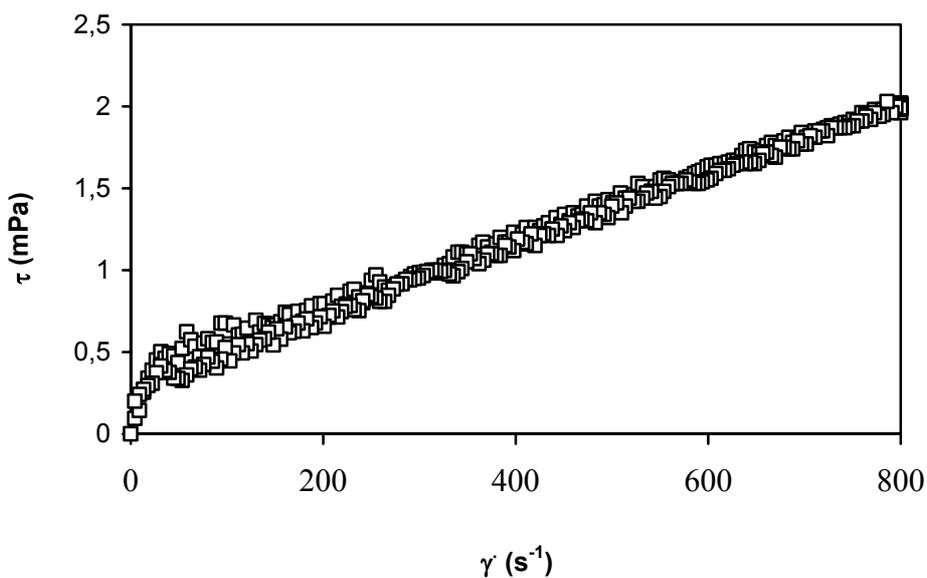


Figure 18 : Rhéogramme d'une boue non filamenteuse A_1 .

L'aire de la boucle d'hystérèse formée (notée Ha) peut alors être utilisée comme paramètre rhéologique servant à la caractérisation de boues présentant un foisonnement filamenteux.

La valeur de Ha est donnée par l'équation (16) :

$$Ha = \int_0^t \tau \cdot d\gamma(t) \quad \text{équation (16)}$$

Le paramètre rHa (surface d'hystérèse réduite) sera utilisé au cours de cette étude, il correspond à la valeur de la surface d'hystérèse réduite à l'unité de volume, il s'exprime en $\text{Pa} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{mL}^{-1}$.

II.5.3 Optimisation du protocole de mesure.

La valeur rHa est fortement dépendante des valeurs affectées aux paramètres γ_{\max} , t_1 et t_2 . Des essais d'optimisation ont donc été réalisés en faisant varier ces valeurs, le but étant de déterminer celles permettant la meilleure caractérisation possible de la présence de bactéries filamenteuses dans les échantillons de boue. Pour ce faire, l'obtention d'une valeur du paramètre rHa la plus élevée possible, tout en fournissant une erreur de mesure la plus faible possible est donc recherchée. Seules des variations des paramètres γ_{\max} et t_1 seront testées, la valeur de t_2 est fixée à 60 secondes, des études préliminaires ayant montré que l'application d'un temps supérieur était inutile.

Dans un premier temps, t_1 est fixé à 180 secondes et γ_{\max} varie de 400 à 1000 s^{-1} . Les résultats de cette étude obtenus sur deux échantillons de boues différents sont présentés figure 19.

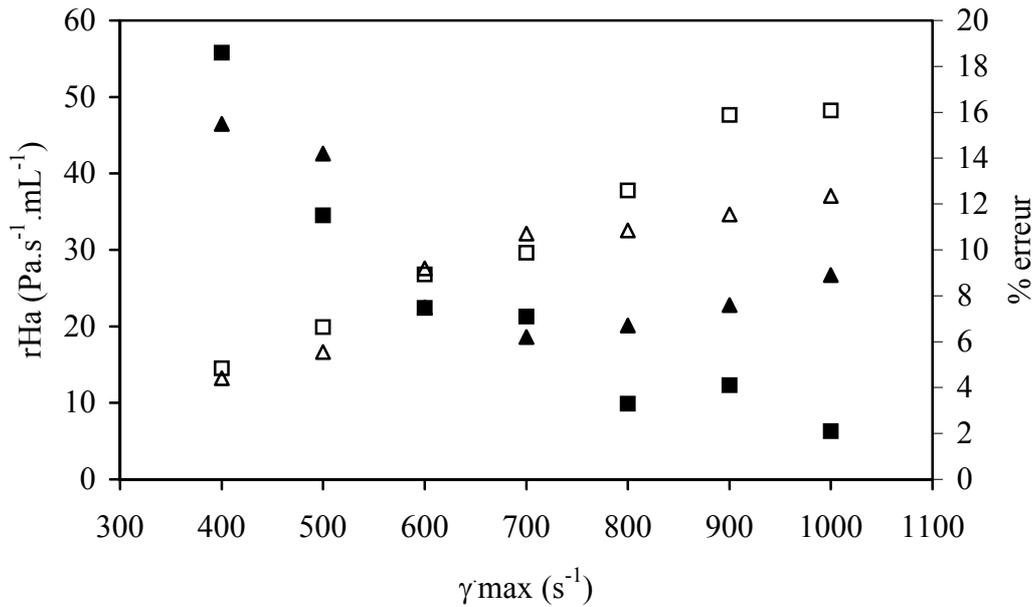


Figure 19 : Evolution de rHa pour les échantillons A_{F1} (Δ) et B_{F1} (\square) et de l'erreur de mesure sur A_{F1} (\blacktriangle) et B_{F1} (\blacksquare) en fonction de γ_{max} appliqué, ($MES A_{F1} = 6,1 \text{ g.L}^{-1}$) et ($MES B_{F1} = 3,1 \text{ g.L}^{-1}$).

La surface d'hystérèse développée par les rhéogrammes augmente avec la vitesse de cisaillement maximale (γ_{max}) imposée. Elle varie de $10 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$ pour un γ_{max} de 400 s^{-1} à $50 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$ pour un γ_{max} de 1000 s^{-1} (échantillon B_{F1}). Parallèlement, l'erreur engendrée sur la détermination de rHa (définie comme l'écart-type moyen obtenu pour cinq mesures sur un même échantillon), inhérente au mode de mesure employé, diminue avec l'augmentation de la valeur γ_{max} atteinte, elle se stabilise entre 3 et 8 % au-delà de $\gamma_{max} = 800 \text{ s}^{-1}$. Le meilleur compromis entre la valeur de rHa atteinte et l'erreur de mesure engendrée semble se situer pour une valeur de $\gamma_{max} = 800 \text{ s}^{-1}$, en effet au-delà de cette valeur, l'erreur de mesure tend à demeurer constante voire à augmenter de nouveau pour l'échantillon A_{F1} et de plus, le choix de $\gamma_{max} = 800 \text{ s}^{-1}$ permet de se trouver à des valeurs assez éloignées de l'apparition du régime turbulent.

Une fois la valeur γ_{max} fixée à 800 s^{-1} , l'influence de la variation du paramètre durée t_1 des rampes de montée et descente linéaires en vitesse de cisaillement a été étudiée. Pour ce faire,

trois valeurs distinctes de t_1 ont été testées, à savoir 120, 180 et 240 secondes. Les résultats de ces tests sont présentés figure 20.

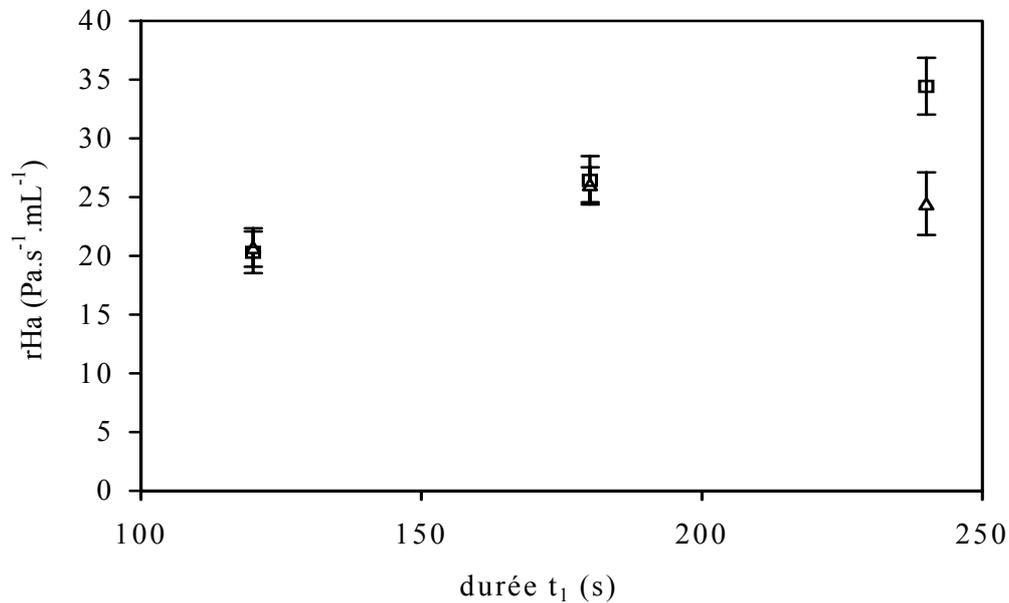


Figure 20 : Influence de la durée de la rampe t_1 sur rHa pour les échantillons A_{F1} (Δ) $MES = 6,1g.L^{-1}$ et B_{F1} (\square) $MES = 3,1 g.L^{-1}$.

La valeur du paramètre rHa atteinte croît légèrement avec t_1 (sauf pour l'échantillon A_{F1} , $t_1 = 240$ s), l'utilisation d'une durée supérieure à 180 secondes ne semble donc pas permettre de gain appréciable de précision de mesure, il a donc été décidé de fixer la valeur t_1 du protocole à 180 secondes. Ainsi, le protocole de mesure présenté dans le tableau 8 voit ses paramètres fixés de la sorte : $t_1 = 180$ s, $t_2 = 60$ s et $\gamma_{max} = 800$ s⁻¹, ce même protocole sera toujours utilisé par la suite pour caractériser les boues filamenteuses.

II.5.4 Variation de rHa avec les MES.

Pour trois échantillons de boues présentant un foisonnement filamenteux (A_{F2} , A_{F3} et E_{F1}) et un échantillon de faible teneur en filaments (A_1), l'évolution du paramètre rHa en fonction des MES a été étudié. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 21.

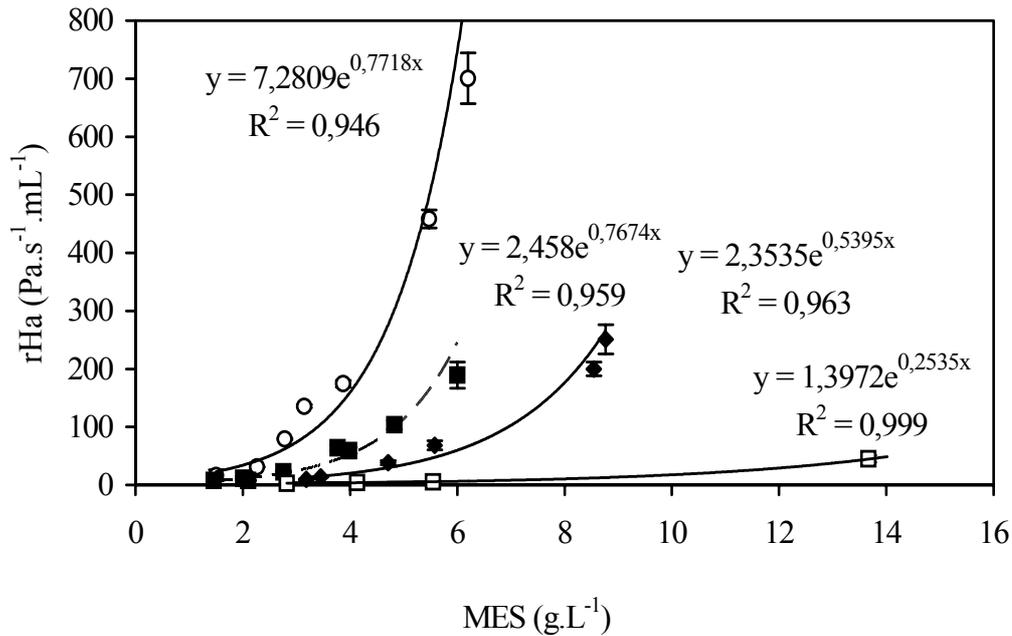


Figure 21 : Evolution de rHa avec les MES pour trois échantillons de boues filamenteuses :

A_{F2} (o), E_{F1} (■), A_{F3} (◆) et pour un échantillon non filamenteux : A_I (□).

Des lois exponentielles décrivent correctement la variation de rHa ($R^2 \geq 0,94$) avec les MES pour les différents échantillons. A MES identiques, de très fortes disparités dans les valeurs de rHa sont notées. Pour la boue non filamenteuse, la valeur de rHa demeure proche de 0, y compris pour de fortes teneurs en MES, confirmant la spécificité de rHa vis-à-vis du caractère filamenteux de la boue. Pour les échantillons présentant un foisonnement filamenteux, l'équation donnant rHa en fonction des MES diffère fortement d'un échantillon à l'autre, indiquant par la même la sensibilité de rHa à la nature de la prolifération filamenteuse et vraisemblablement aussi à son intensité.

II.5.5 Origine de la spécificité des rhéogrammes.

La spécificité des rhéogrammes de boues filamenteuses réside en la très forte asymétrie entre les courbes décrivant les rampes de montée et de descente en vitesse de cisaillement. Lors de la rampe aller de montée en vitesse de cisaillement, une forte résistance à l'écoulement de la boue se produit, du fait de la présence de filaments en importante proportion dans la boue. Des phénomènes d'enchevêtrements ("entanglement network")

analogues à ceux qui peuvent se produire avec certains polymères ont lieu. La résistance à l'écoulement est engendrée par une structure se créant entre les filaments des floccs, jusqu'à ce que l'énergie fournie soit suffisante pour outrepasser cette résistance, c'est-à-dire qu'elle permette de rompre la structure ainsi créée et autorise de nouveau un écoulement plus aisé du fluide. Les phénomènes de déstructuration se produisent à partir du moment où la vitesse de cisaillement atteinte permet de rompre les réseaux de liaisons créées entre les filaments. La rampe retour obtenue pour de telles boues est quasi-linéaire, témoignant par la même de la déstructuration irréversible de la matrice filamenteuse qui s'était créée lors de la montée en vitesse de cisaillement. L'observation microscopique (figures 22.a et 22.b) des floccs avant et après application du protocole de mesure à un échantillon de boues activées (grossissement 400) confirme ces hypothèses. Alors que la photographie avant application du protocole montre une structure filamenteuse complexe et dense, la photographie obtenue après application du protocole de mesure montre une forte dispersion de la structure filamenteuse suite à des ruptures de liaisons de types filaments/filaments ou floccs/filaments essentiellement.

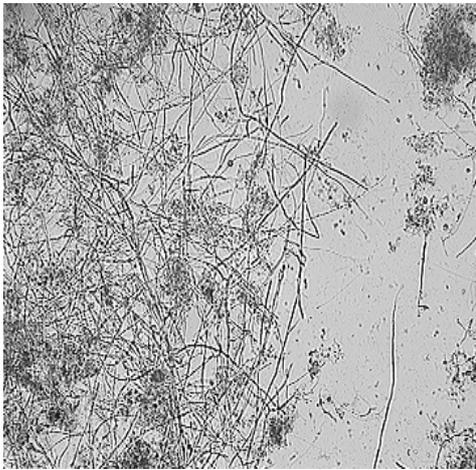


Figure 22a : floccs filamenteux avant application du protocole de mesure

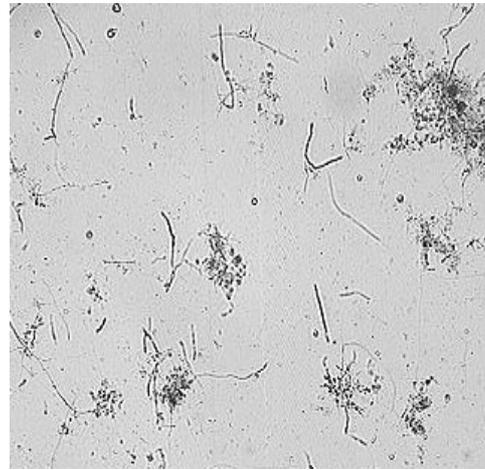


Figure 22b : floccs et filaments après application du protocole de mesure

Des essais de mesures consistant à appliquer deux fois consécutivement le protocole de mesure précédemment défini à un même échantillon de boue ont été réalisés afin de quantifier l'effet de déstructuration de la matrice filamenteuse engendrée par l'application du protocole de mesure. La détermination des surfaces d'hystérèse réduites développées respectivement

lors du premier essai (rHa) et lors du second (rHa_{bis}), et ce pour diverses teneurs en MES est présentée dans les figures 23 pour l'échantillon A_{F1} et 24 pour l'échantillon B_{F1} .

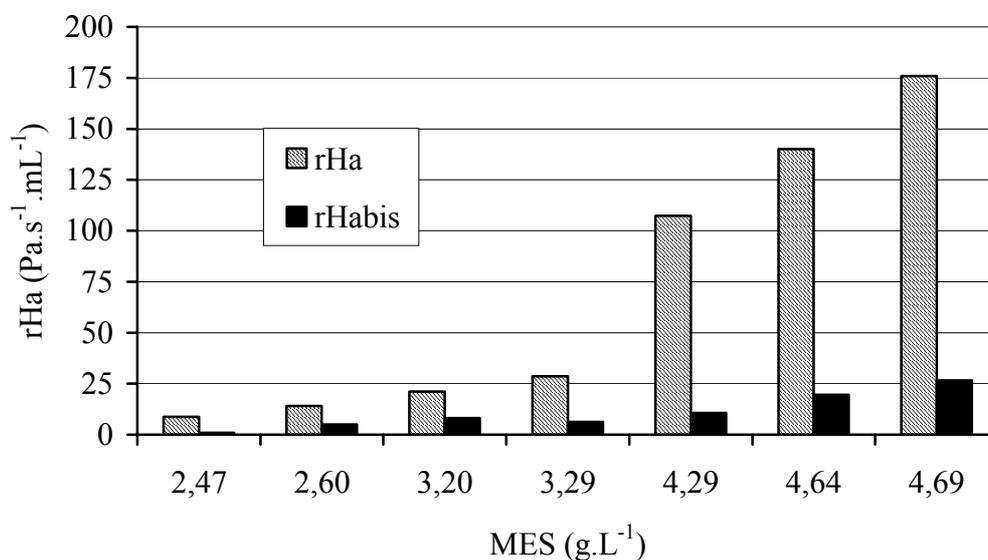


Figure 23 : Evolution de rHa et de rHa_{bis} en fonction de la MES pour la boue A_{F1} .

Sur la gamme de MES considérée, la surface d'hystérèse réduite développée par les rhéogrammes obtenus pour une deuxième application consécutive du protocole de mesure à un même échantillon (rHa_{bis}) se révèle être considérablement réduite par rapport à celle résultant de la première application (rHa). La surface d'hystérèse réduite développée lors de la seconde application du protocole est réduite d'environ 80-90 % pour les différentes MES testées.

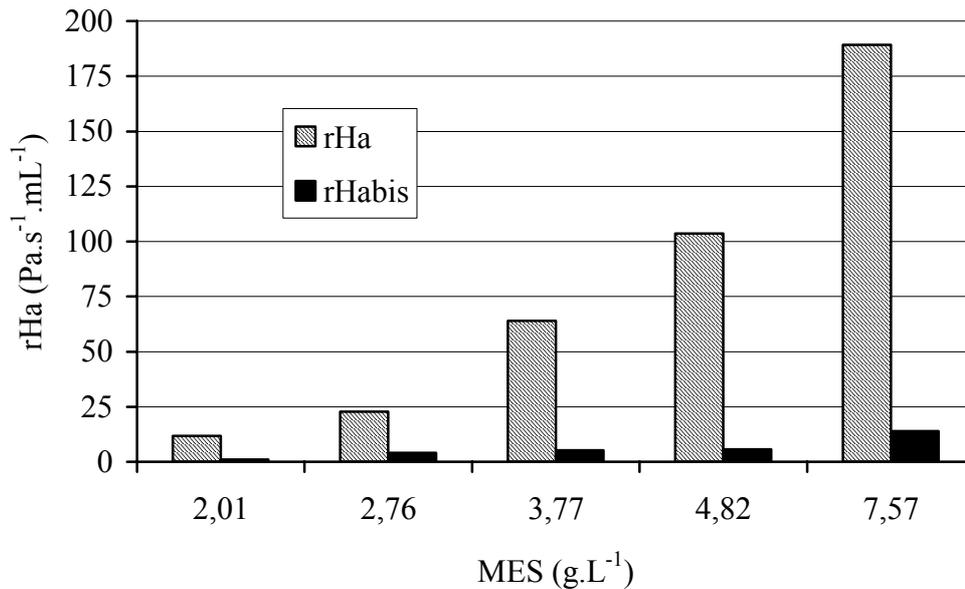


Figure 24 : Evolution de rHa et de rHa_{bis} en fonction de la MES pour la boue B_{F1} .

Le constat effectué sur l'échantillon B_{F1} est similaire à celui effectué pour l'échantillon A_{F1} , la décroissance de rHa_{bis} par rapport à rHa semble encore plus forte que précédemment, aux alentours de 90 % de diminution.

Le phénomène de déstructuration irréversible de la structure filamenteuse, au détriment d'un arrangement de structure est confirmé, par les valeurs rHa_{bis} toujours très faibles par rapport à rHa . La deuxième application consécutive du protocole de mesure à un même échantillon laisse apparaître un comportement de la boue qui tend vers celui d'une boue non filamenteuse, seuls, quelques éléments de structure filamenteuse n'ayant pas été détruits lors de la première mesure apportent une faible contribution au développement d'une surface d'hystérèse.

III Influence des MES sur les paramètres μ_{∞} et τ_{∞} .

III.1 Variation de la viscosité limite (μ_{∞}).

La teneur en MES est l'un des facteurs prépondérant affectant le comportement rhéologique des boues (Monteiro 1997 ; Slatter 1997). La figure 25 présente l'évolution de μ_{∞} avec les MES pour quatre échantillons de boues provenant de STEP différentes pour une gamme de concentration en MES variant de 0 à 22 g.L⁻¹.

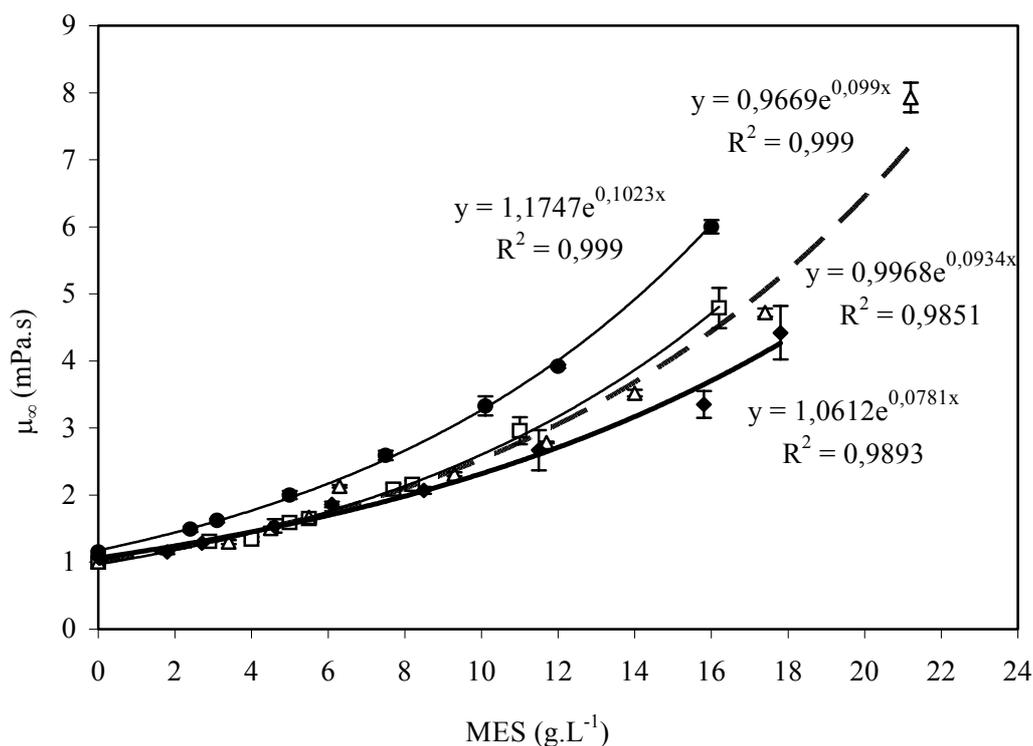


Figure 25 : Evolution de μ_{∞} avec les MES pour les boues A_2 (○), B_3 (△), D_1 (●) et C_1 (◆).

Sur l'ensemble du domaine considéré, la viscosité limite (μ_{∞}) varie selon une loi exponentielle avec l'augmentation des MES, les bons coefficients de détermination ($R^2 > 0,98$) obtenus attestent de la représentativité de cette relation. Celle-ci indique la manière dont la viscosité est affectée par une plus forte teneur en matière solide, elle relate l'augmentation des interactions entre les éléments constitutifs des floes de boues activées. Les coefficients des équations décrivant cette variation sont de surcroît différents selon l'échantillon de boue considéré, ce qui permet d'envisager une sensibilité de ce paramètre à la qualité de la boue.

De nombreux auteurs ont précisé l'importance des MES dans la détermination des paramètres rhéologiques et les lois décrivant leur évolution les plus fréquemment obtenues sont de type exponentielle ou bien puissance. Ainsi, Sozanski (1997) et Sanin (2002) trouvent que les paramètres de Bingham (viscosité et contrainte de cisaillement) varient exponentiellement avec les MES pour différentes boues. Slatter (1997) trouve ce même type de relation pour le coefficient de fluidification et la contrainte de cisaillement du modèle d'Herschel-Bulkley. Battistoni (1997) propose pour sa part une relation de type puissance ou bien de type exponentielle entre la MES et les paramètres de Bingham selon la nature de la

boue considérée. Forster (2002) propose une relation de type exponentielle entre la MES et la contrainte de cisaillement pour des boues traitées en digesteur aérobie.

Toutefois, la considération de domaines plus restreints de teneur en MES (de l'ordre de 2 à 3 g.L⁻¹) laisse entrevoir la possibilité de décrire efficacement à l'aide d'une corrélation linéaire la variation de μ_∞ avec les MES. Cette remarque importante sera utilisée par la suite, notamment pour normer à la même concentration différents échantillons de boue en vue de comparer leurs propriétés rhéologiques.

III.2 Variation de la contrainte de cisaillement limite (τ_∞).

La figure 26 donne l'évolution du paramètre τ_∞ avec la teneur en MES pour les quatre mêmes échantillons de boues que précédemment, à savoir les échantillons de boues A₂, B₃, D₁ et C₁.

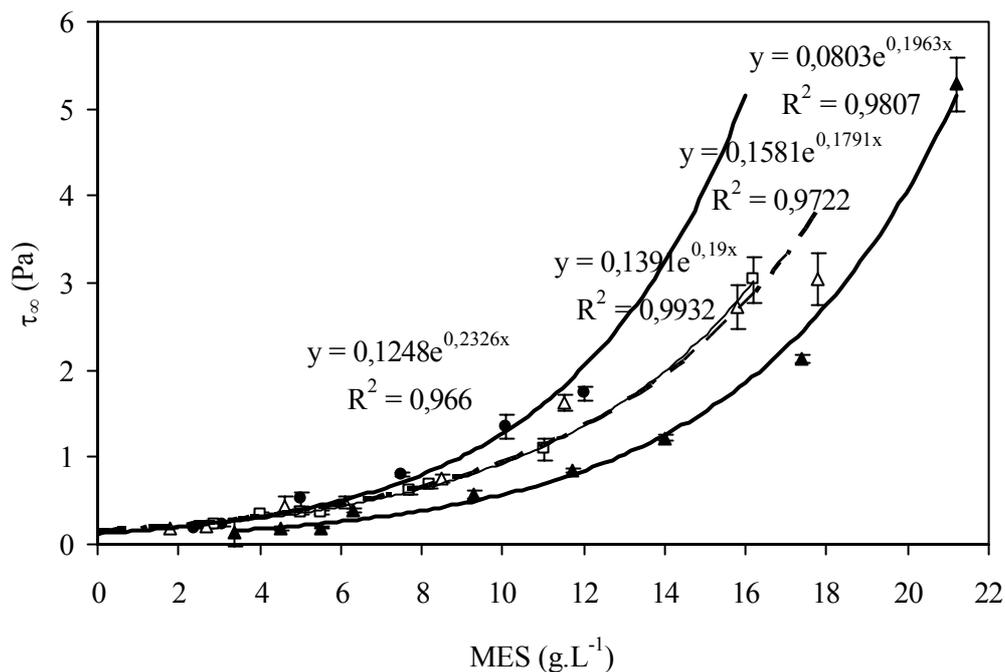


Figure 26 : Evolution de τ_∞ avec les MES pour les boues A₂ (□), C₁ (▲), D₁ (●) et B₃ (△).

Sur le domaine considéré, la contrainte limite de cisaillement τ_∞ varie selon une loi exponentielle avec l'augmentation des MES, les coefficients de détermination R^2 obtenus sont supérieurs à 0,96.

De manière analogue à la variation de μ_{∞} , la variation de τ_{∞} est en accord avec les résultats présents dans la littérature. L'erreur de mesure engendrée sur ce type de paramètre est un peu plus élevée pour les plus fortes teneurs en MES que celle observée pour le paramètre μ_{∞} . Ce paramètre s'avère également être sensible à la qualité de la boue puisque les coefficients décrivant les relations exponentielles varient selon l'origine de l'échantillon de boue.

Cependant, les variations entre échantillons sont peu significatives pour des concentrations en MES inférieures à 6 g.L⁻¹.

IV Influence de la nature des boues sur le paramètre μ_{∞} .

IV.1 Boues activées d'origines différentes

On remarque sur la figure 25, que la viscosité des différents échantillons de boues varie de façon plus ou moins forte selon l'origine de l'échantillon considéré, la différence devenant d'autant plus significative que les MES augmente. La comparaison des viscosités obtenues pour six échantillons de boues (deux échantillons rajoutés par rapport à ceux présentés figure 25) est établie dans le tableau 9 pour deux valeurs de MES différentes.

Tableau 9 : valeurs de μ_{∞} à 5,5 et 10 g.L⁻¹ pour six échantillons de boue.

Echantillon	A ₃	A ₂	B ₃	C ₁	D ₁	E ₁
μ_{∞} (mPa.s)	1,71 ±	1,67 ±	1,67 ±	1,63 ±	2,06 ±	1,36 ±
MES 5,5 g.L ⁻¹	0,05	0,04	0,04	0,05	0,06	0,04
μ_{∞} (mPa.s)	2,65 ±	2,60 ±	2,54 ±	2,32 ±	3,27 ±	2,12 ±
MES 10 g.L ⁻¹	0,10	0,06	0,05	0,15	0,10	0,08

Pour des MES de 5,5 g.L⁻¹, μ_{∞} varie de 1,36 pour la boue E₁ à 2,06 mPa.s pour la boue D₁, les quatre autres échantillons ayant une viscosité de l'ordre de 1,65 mPa.s. Pour des MES de 10 g.L⁻¹, les variations de viscosité deviennent plus évidentes entre les échantillons d'origines différentes. La viscosité varie de 2,12 mPa.s pour la boue E₁ à 3,27 mPa.s pour la boue D₁. La nature variable des échantillons semble donc affecter la viscosité de façon notable, toutefois, la distinction entre échantillons ne devient véritablement importante que pour des concentrations en MES suffisamment élevées. Parmi les paramètres susceptibles d'influencer

la viscosité des boues, on peut citer la taille des particules (Bache et Papavasiliopoulos 2000), la composition des boues (Forster 1982) et la teneur en eau liée (Forster 1983). Un paramètre tel le SVI, caractéristique de l'aptitude à la sédimentation des boues est reconnu comme étant dépendant de la qualité de la boue donc aussi des caractéristiques des boues évoquées précédemment (Sponza 2002). Il peut donc être intéressant de tenter d'établir un lien entre la viscosité et le SVI. En ce sens, la figure 27 présente l'évolution du SVI en fonction de μ_∞ (pour une concentration de 10 g.L^{-1}) pour les six échantillons de boues présentés dans le tableau 9.

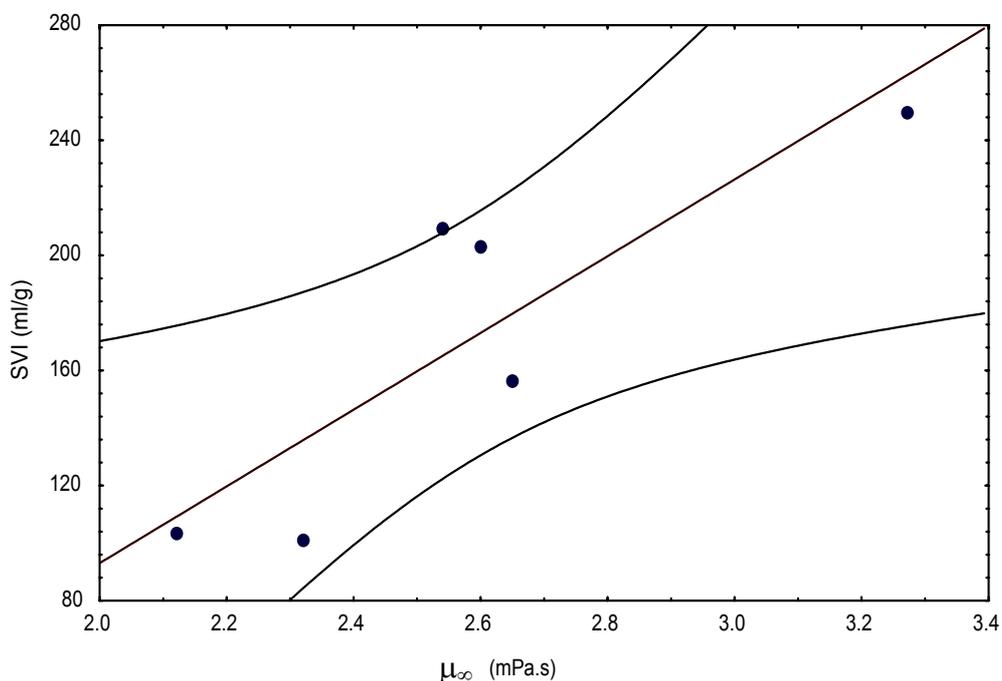


Figure 27 : Evolution de μ_∞ (mesurée à 10 g.L^{-1}) en fonction du SVI pour les échantillons

A_2, A_3, B_3, C_1, D_1 et E_1

La relation entre μ_∞ et le SVI des six échantillons de boues considérés est linéaire (IC = 95 %). Cette relation entre ces deux paramètres tend à confirmer la sensibilité de mesures rhéologiques et plus particulièrement du paramètre μ_∞ à des variations de qualité de boues, y compris pour des échantillons qu'on peut a priori qualifier de très proches car provenant d'une même filière de traitement. Des différences structurelles des floes ainsi que des différences dans leur composition biologique peuvent donc être envisagées comme en partie responsables de la variation de la viscosité des boues.

IV.2 Digestion aérobie.

La figure 28 présente l'évolution des paramètres SVI et μ_∞ au fur et à mesure de l'avancement de la digestion aérobie de la boue pour l'échantillon G_1 . La détermination de μ_∞ est effectuée pour une teneur en MES constante de $5,5 \text{ g.L}^{-1}$ et celle du SVI est réalisée pour une teneur en MES de $3,5 \text{ g.L}^{-1}$.

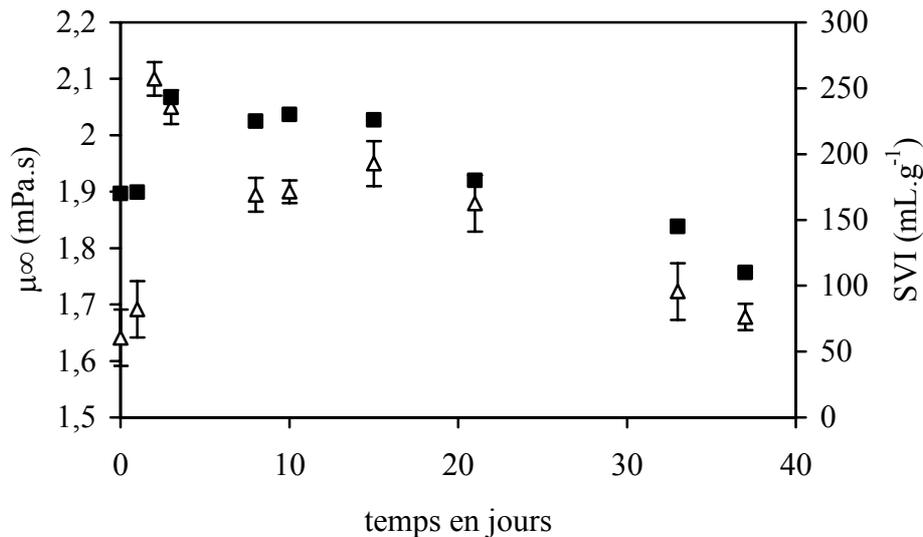


Figure 28 : Evolution de μ_∞ (Δ , $MES = 5,5 \text{ g.L}^{-1}$) et du SVI (\blacksquare) en fonction du temps lors d'une digestion aérobie de boue activée, échantillon G_1 .

Les deux courbes donnant l'évolution du SVI et de μ_∞ en fonction du temps ont une allure similaire. Dans un premier temps, ces deux paramètres augmentent, essentiellement durant les quatre premiers jours. Ils demeurent ensuite quasiment constants du septième au vingtième jour. La dernière partie de la courbe voit ces deux paramètres décroître de façon importante et conjointe au-delà de vingt jours de digestion aérobie. De manière analogue à ce qui a été vu précédemment, l'augmentation de la viscosité de la boue est couplée à une augmentation du paramètre SVI, c'est-à-dire à une dégradation de l'aptitude à la décantation de la boue.

D'importants changements dans la communauté bactérienne et dans son rythme de croissance sont engendrés par de telles conditions, ce qui conduit certainement à des changements dans la structure des floes et dans leur aptitude à sédimenter (Barbunsinski et Koscielniak 1997 ; Nellenschulte et Kayser 1997). Des phénomènes de minéralisation de la

matière organique présente dans la boue au cours de la digestion peuvent également être à l'origine de fortes modifications dans son comportement rhéologique, ce phénomène est visible pour un âge de boue élevé provoquant une diminution de la viscosité.

V Conclusion sur les paramètres rhéologiques utilisés pour la caractérisation des boues activées.

Les paramètres viscosité limite (μ_{∞}) ou contrainte de cisaillement limite (τ_{∞}), viscosité à l'équilibre (μ_{eq}) et surface d'hystérésis réduite (rHa) utilisés pour caractériser le comportement rhéologique d'échantillons de boues activées mettent en avant le caractère non newtonien des boues activées et celui thixotrope des boues présentant un foisonnement filamenteux. La thixotropie dénote la dépendance de la réponse rhéologique de l'échantillon à des déformations passées. Un échantillon de boues activées soumis à une vitesse de cisaillement constante voit la valeur de sa viscosité décroître avec le temps. De même, un échantillon de boues filamenteuses va présenter des rhéogrammes atypiques développant une forte surface d'hystérèse témoignant de l'importance du phénomène de déstructuration alors engendré par la présence des filaments en excès. Sous l'influence de contraintes, des phénomènes évidents de destruction irréversible de la matrice filamenteuse ont été mis en évidence dans le cas des boues filamenteuses et sont considérés comme responsables du comportement rhéologique (thixotrope) de tels échantillons. Pour des boues dites "saines", c'est-à-dire exemptes de foisonnement filamenteux, le caractère thixotrope est présent mais de manière beaucoup moins marquée.

Ces paramètres se sont révélés être fortement dépendant de la teneur en solide de l'échantillon déterminée par les MES. Les croissances exponentielles de rHa, de μ_{∞} et de τ_{∞} avec les MES ont ainsi été déterminées, témoignant par la même de la manière dont l'augmentation des interactions entre floccs affecte le comportement rhéologique des boues. Il s'agit là d'un facteur fondamental qui devra être pris en compte lors des comparaisons réalisées pour un même paramètre mais entre échantillons de boues différents.

Des comparaisons à teneur en MES identique mais pour des échantillons d'origine différentes ont permis d'établir la sensibilité de ces paramètres à l'état de floculation de la boue, ceci est particulièrement évident pour la distinction entre une boue présentant un foisonnement filamenteux et une boue saine. Pour des boues dont le mode d'échantillonnage laissait augurer des qualités très proches, la détermination des paramètres rhéologiques a laissé entrevoir leur sensibilité pour la distinction entre différentes qualités de boues.

CH II - INFLUENCE DE LA VARIATION DU pH ET DE LA FORCE IONIQUE SUR LES PARAMETRES RHEOLOGIQUES DE BOUES ACTIVEES.

Le chapitre précédent (chapitre I) a permis d'exposer les principaux paramètres rhéologiques susceptibles d'être utilisés en vue de la description des propriétés d'écoulement des boues activées ainsi que leur sensibilité vis-à-vis de l'état de floculation des boues. L'étude présentée dans ce chapitre s'attache à déterminer l'évolution des propriétés rhéologiques de boues activées et plus particulièrement du paramètre viscosité à l'équilibre (μ_{eq}) lors de changements de conditions environnementales telles des variations de pH et de force ionique. L'étude de la variation de ce paramètre sous différentes conditions expérimentales sera couplée à celle de paramètres à même de fournir des indications quant aux caractéristiques physiques des floes de boues activées. Ainsi, le CST, le potentiel zéta et la turbidité du surnageant seront déterminés. Cette étude vise en outre à déterminer l'influence des interactions entre floes sur les caractéristiques rhéologiques de boues activées.

I Partie expérimentale.

I.1 Mode d'échantillonnage.

Le prélèvement des boues activées est effectué en sortie de bassins d'aération de trois STEP différentes (A, B et C). Les résultats présentés ont été obtenus suite à deux campagnes d'échantillonnage distinctes réalisées sur chaque STEP, la première lors de l'étude de l'impact de la variation du pH sur les propriétés rhéologiques de la boue et la seconde lors de l'étude de l'influence de l'ajout de cations métalliques sur les propriétés rhéologiques de la boue. Les boues prélevées sont concentrées par suppression de surnageant résultant de la décantation gravitaire de la boue, de manière à obtenir une concentration en MES se situant à environ 10 g.L⁻¹, concentration à laquelle les différentes mesures des paramètres sont effectuées.

I.2 Mode opératoire.

300 mL de boues activées concentrées à environ 10 g.L⁻¹ en MES sont placés dans un bécher de 500 mL et sont soumises à une lente agitation à l'aide d'un agitateur magnétique.

Les variations de pH sont initiées en effectuant des micro-ajouts de soude (2M) et d'acide sulfurique (2M). Les mesures sur les échantillons ainsi traités sont réalisées après un temps de latence suffisant permettant une parfaite stabilisation du pH. La gamme de variation de pH explorée est située entre 1,5 et 12,0.

Des ajouts de cations monovalents et divalents sous forme de chlorure de sodium et de chlorure de calcium sont effectués, ils permettent de faire varier la force ionique. Les ajouts de sels cationiques sont réalisés de manière à ne pas induire de phénomène de dilution, c'est-à-dire que le même volume de sel est ajouté à des concentrations différentes pour chaque échantillon de boue. La gamme d'ajouts de cations s'étend de 0 à 18 meq par gramme de MES. Le pH est de surcroît maintenu pour chaque échantillon à celui initialement présenté par la boue, c'est-à-dire à la valeur de pH de la boue n'ayant pas été soumise à un ajout de cations. Les mesures rhéologiques sont réalisées après un temps de contact de 30 minutes.

I.3 Paramètres utilisés pour la description des propriétés des boues activées.

Le comportement rhéologique des boues activées est étudié par le biais du paramètre viscosité à l'équilibre (μ_{eq}) (Forster 1982). Les mesures rhéologiques sont couplées à des mesures de paramètres décrivant des caractéristiques physiques de la boue. Ainsi, les paramètres CST, potentiel zéta et turbidité du surnageant sont déterminés lors de l'étude de l'influence de la variation du pH. Seule la mesure du CST sera réalisée lors de l'étude de l'influence de l'ajout de cations, en plus de μ_{eq} .

II Résultats.

II.1 Principales caractéristiques des boues activées.

Les valeurs des paramètres utilisés pour caractériser les différents échantillons de boues activées une fois concentrées mais n'ayant subi aucune modification de pH ou de force ionique sont présentées dans le tableau 10.

Il apparaît que le pH et le potentiel zéta demeurent pratiquement constants pour un échantillonnage réalisé sur une même STEP, malgré des dates de prélèvements différentes.

Tableau 10 : Caractéristiques des boues activées épaissies.

	STEP A		STEP B		STEP C	
	A ₄	A ₅	B ₄	B ₅	C ₂	C ₃
MES ± 0,1 (g.L ⁻¹)	11,2	11,0	10,8	9,8	9,2	9,0
pH ± 0,1	6,6	6,6	7,2	7,2	6,5	6,4
CST (s) normalisé (MES: 10 g.L ⁻¹)	28 ± 3	23 ± 2	65 ± 3	64 ± 4	264 ± 7	176 ± 6
μ _{eq} normalisée (mPa.s) (MES : 10 g.L ⁻¹)	4,86 ± 0,15	4,58 ± 0,10	3,81 ± 0,05	4,51 ± 0,10	4,52 ± 0,10	4,89 ± 0,15
potential zéta ± 0,3 (mV)	-12,3	-12,3	-9,2	-9,3	-10,3	-10,4

Les valeurs de potentiel zéta varient entre -9,2 mV pour l'échantillon B₄ et -12,3 mV pour les échantillons A₄ et A₅. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par différents auteurs sur des boues activées et dans des conditions similaires (Forster 1968 ; Lee et Liu 2001 ; Yen *et al.* 2002). Ceci tend à confirmer la validité de la méthode employée, à savoir la détermination de la charge de surface sur les plus petites particules de boues activées. On peut ainsi considérer que la charge ainsi déterminée constitue une bonne approximation de celle portée par les floccs de boues activées.

Les teneurs en MES des différents échantillons après concentration par sédimentation oscillent entre 9,0 et 11,2 g.L⁻¹ selon les échantillons. Dans le tableau II.1, les valeurs de CST et de μ_{eq} présentées ont été normalisées à une valeur de 10 g.L⁻¹ afin de permettre une comparaison entre les caractéristiques initiales des différents échantillons. La normalisation est réalisée en tenant compte d'une variation linéaire entre la teneur en MES et les deux paramètres CST et μ_{eq}, ce qui, eu égard au faible domaine de variation des MES considéré n'engendre qu'une faible erreur dans l'appréciation réelle de ces valeurs (Chapitre I, III.1).

Le CST des échantillons prélevés sur les STEP A et B sont très proches, indépendamment de la date de prélèvement alors que pour les échantillons prélevés sur la STEP C, la fluctuation entre les deux prélèvements est très importante, témoignant ainsi d'une forte disparité dans l'aptitude à la déshydratabilité des deux échantillons de boue selon leur date de prélèvement.

Ces deux échantillons présentent de surcroît des valeurs de CST qui sont très élevées par comparaison aux échantillons issus des STEP A et B.

Le paramètre μ_{eq} varie entre 4,51 mPa.s et 4,89 mPa.s, excepté pour l'échantillon B₄ qui présente une valeur de 3,81 mPa.s. Les valeurs demeurent suffisamment proches entre les différents échantillons, il est difficile de tirer des conclusions quant à leurs variations, au pH initial de la boue.

L'objectif des manipulations qui suivent est essentiellement d'étudier l'évolution de ces différents paramètres avec le pH et l'ajout de cations pour un même échantillon et de comparer l'évolution globale de ceux-ci pour les différentes boues activées étudiées afin d'en déduire des comportements plus généraux vis-à-vis de changements de conditions environnementales.

II.2 Influence du pH.

II.2.1 Variation du potentiel zéta et de μ_{eq} .

L'évolution du potentiel zéta et de la viscosité à l'équilibre pour les échantillons A₄, B₄ et C₂ sont décrites respectivement dans les figures 29 et 30. Il apparaît que les tendances d'évolution du potentiel zéta et de μ_{eq} avec le pH sont les mêmes, à savoir qu'une augmentation du pH induit une diminution du potentiel zéta et une augmentation de la viscosité à l'équilibre. Le potentiel zéta évolue de -28 à +3 mV sur la gamme de pH étudiée, laissant apparaître un pH_{zpc} (zero point charge) à pH = 2 pour l'échantillon A₄ et légèrement en dessous cette valeur pour les échantillons B₄ et C₂. Trois zones distinctes sont présentes pour chaque échantillon de boue. La première correspond à une zone à l'intérieur de laquelle le potentiel zéta varie peu (entre -10 et -15 mV) avec le pH, elle correspond aux pH proches de la neutralité. Elle se situe à 5,0 < pH < 7,5 pour A₄ et à 5,0 < pH < 8,5 pour B₄ et C₂. Cette zone peut être considérée comme une zone tampon pour le potentiel zéta. Elle correspond à des valeurs de pH pour lesquelles les groupements ionisables portés par les boues activées ont un pouvoir tampon.

La seconde zone correspond à 2,0 < pH < 5,0 pour les trois échantillons. La troisième zone se situe à 7,5 < pH < 12,0 pour l'échantillon A₄ et à 8,5 < pH < 12,0 pour les échantillons B₄ et C₂. Dans ces domaines de variation de pH, la valeur de la charge de surface décroît fortement avec l'augmentation du pH.

L'évolution du paramètre μ_{eq} avec le pH est semblable à celle décrite précédemment, différentes zones peuvent là encore être considérées. La première concerne celle pour laquelle μ_{eq} demeure pratiquement constante avec l'évolution du pH, à savoir respectivement pour les échantillons A₄, B₄ et C₂ : $5,0 < \text{pH} < 8,0$; $6,5 < \text{pH} < 9,5$ et $5,5 < \text{pH} < 8,5$. Pour les pH non compris dans cette zone, la variation de μ_{eq} avec le pH est beaucoup plus importante, μ_{eq} s'accroissant fortement avec l'augmentation du pH. De fortes modifications de la viscosité des suspensions de boues activées ont donc lieu pour des valeurs de pH des boues s'éloignant de la neutralité. Chaque échantillon de boue possède sa spécificité concernant la zone de pH dans laquelle le paramètre μ_{eq} est sujet à de fortes variations avec le pH. Leur origine différente implique certainement des différences de nature biochimique et donc des disparités quant à la répartition des différents groupements ionisables présents dans les floccs, ce qui conduit à l'obtention de zones tampons variables selon l'échantillon considéré.

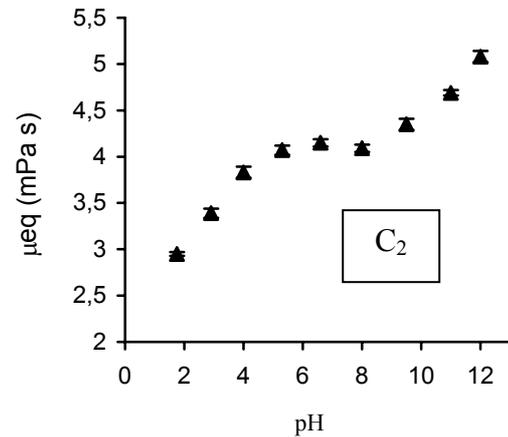
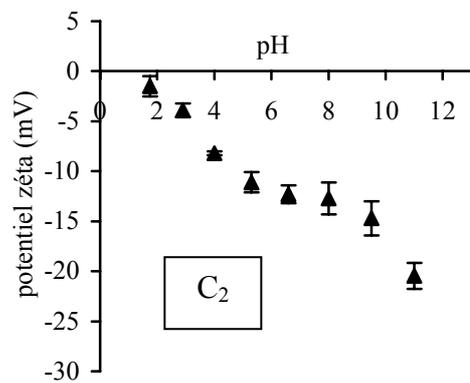
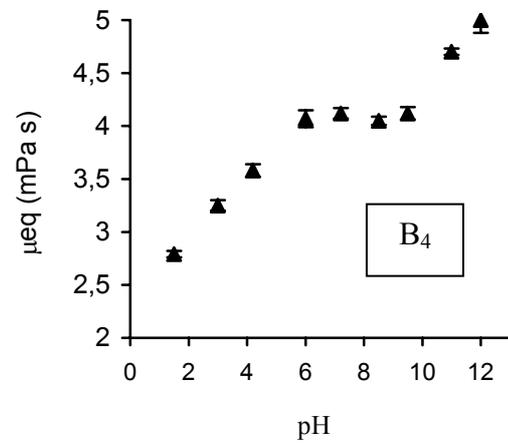
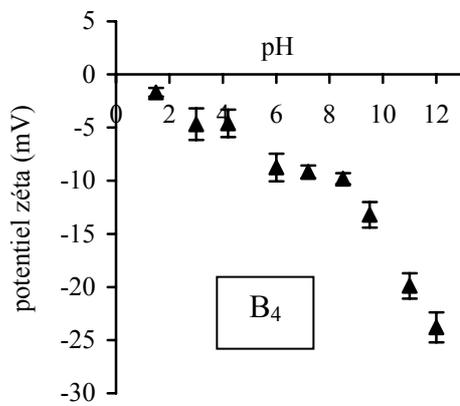
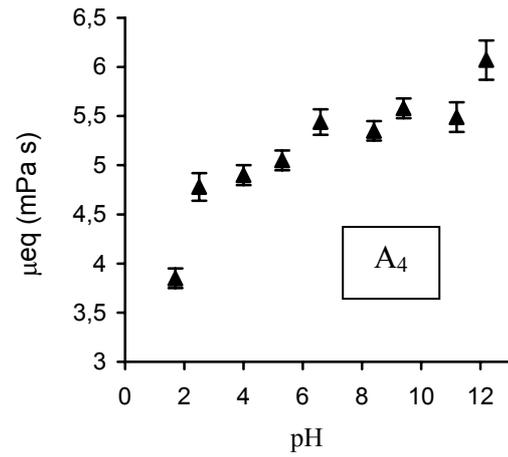
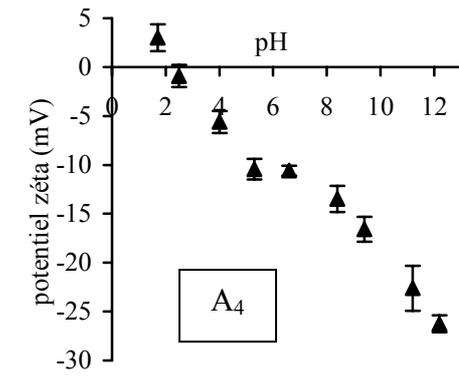


Figure 29 : Evolution du potentiel zéta en fonction du pH pour les échantillons A₄, B₄ et C₂.

Figure 30 : Evolution de μ_{eq} en fonction du pH pour les échantillons A₄, B₄ et C₂.

II.2.2 Variation de la turbidité du surnageant et du CST.

En parallèle aux mesures rhéologiques et zétamétriques, le CST de la boue et la turbidité du surnageant sont déterminés pour les diverses valeurs de pH. Les figures 31 et 32 présentent respectivement l'évolution de la turbidité du surnageant et celle du CST avec la variation du pH. Les plus faibles valeurs de ces paramètres qui correspondent à la meilleure qualité de boue sont obtenues pour des pH proches de la neutralité. Les forts pH donnent toujours lieu à des valeurs très élevées pour ces deux paramètres. Dans une gamme de pH comprise entre 2,0 et 8,0, la valeur du CST demeure relativement constante, commence à augmenter significativement entre pH 8,0 et 9,5 et devient très élevée au-delà de pH = 9,5. L'évolution de la turbidité du surnageant avec le pH est plus variable que celle du CST, la définition de plages optimales pour lesquelles la turbidité est minimale dépend fortement de l'échantillon considéré. Ainsi, la turbidité demeure minimale sur une plage de pH comprise entre 2,0 et 8,0 pour l'échantillon A₄, entre 5,0 et 7,0 pour B₄ et entre 5,0 et 9,0 pour C₂. En dehors de ces zones, la turbidité du surnageant augmente très fortement, témoignant de la présence de très nombreuses particules colloïdales dans le surnageant, liée à de forts changements de structure des floes ou bien à des réactions chimiques ayant de fortes conséquences sur la boue, telles des hydrolyses de polymères ou de constituants organiques du floe autres (lyse de bactéries), ceci étant valable essentiellement à pH alcalin.

Pour les plus faibles pH, les conséquences sur les différents paramètres mesurés sont moins marquées que celles engendrées aux forts pH, ceci se traduit par une plus faible ampleur de variation, à écart identique du pH neutre. Une explication possible est la moindre incidence sur l'intégrité même des cellules bactériennes formant les floes pour les plus faibles pH. Pour les plus forts pH, des variations dans la nature chimique des constituants des floes induisant de fortes modifications de leurs propriétés sont à même de se produire (lyse cellulaires, hydrolyses de polymères). Pour les plus faibles pH, les modifications engendrées sont plutôt la conséquence de modifications d'ordre structurelles (diminution de la taille des floes essentiellement) que celle de fortes modifications de la physico-chimie des floes (Sanin 2002).

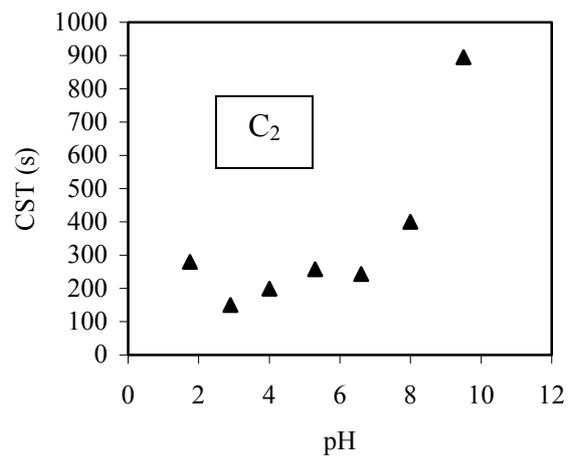
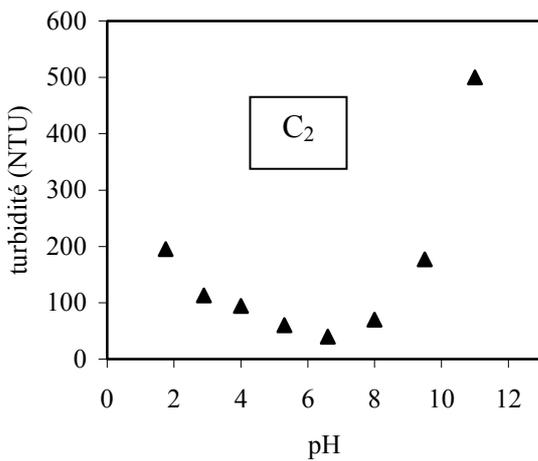
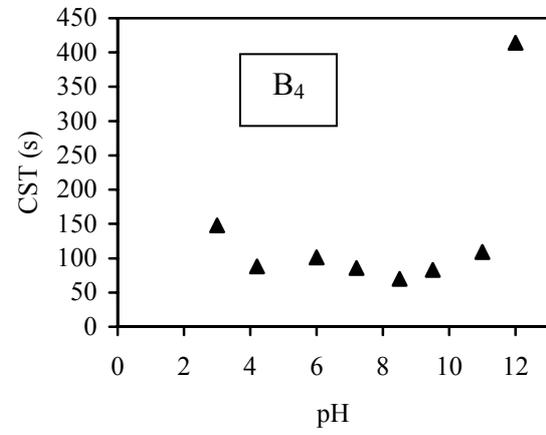
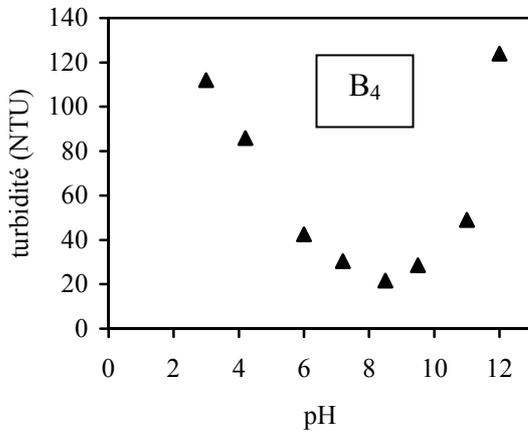
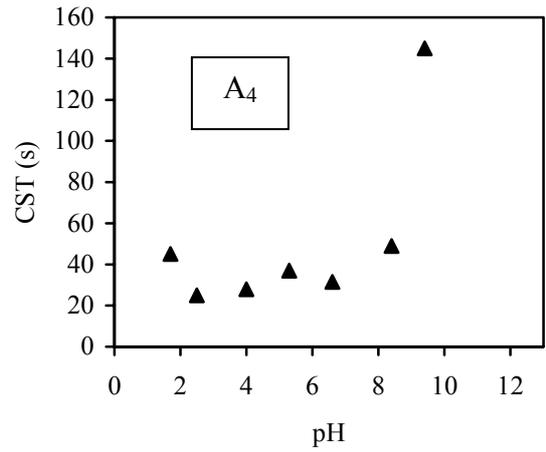
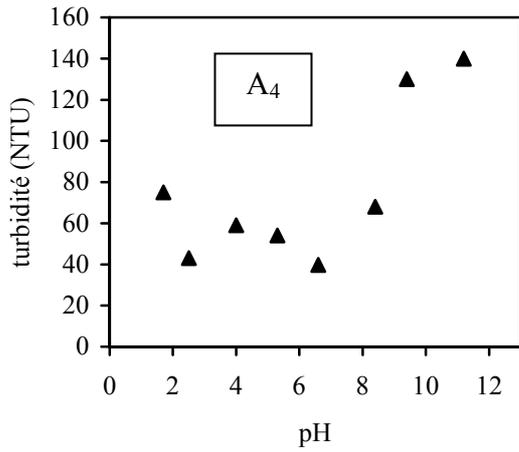


Figure 31 : Evolution de la turbidité du surnageant en fonction du pH pour les échantillons A₄, B₄ et C₂.

Figure 32 : Evolution du CST de la boue en fonction du pH pour les échantillons A₄, B₄ et C₂.

II.3 Influence de l'ajout de cations.

Les figures 33 et 34 donnent les évolutions des paramètres viscosité à l'équilibre et CST des divers échantillons de boues activées (A_5 , B_5 et C_3) suite à l'ajout de sodium et de calcium.

L'effet de l'ajout de cations sur la viscosité à l'équilibre des échantillons de boues activées est similaire, à savoir qu'il induit sa diminution. La valeur minimale de μ_{eq} est obtenue pour des charges de cations ajoutées de l'ordre de 10 meq par gramme de MES. La décroissance de viscosité atteinte en terme de pourcentage par rapport à la viscosité initiale de l'échantillon de boue (sans cations ajoutés) varie de 17 à 25 % pour les trois échantillons de boue considérés. Pour une charge équivalente ajoutée, il ne semble pas exister de différence notable entre l'influence de Ca^{2+} et de Na^+ sur la viscosité, comme indiqué par la superposition pour chaque échantillon des courbes de la figure 35. Ceci laisse supposer que la charge totale fournie, plus que la valence du cation ajouté influe sur le comportement rhéologique de la boue activée.

Concernant le CST, l'ajout de cations entraîne son augmentation, dans des proportions similaires avec Ca^{2+} et Na^+ pour les échantillons A_5 et B_5 , des valeurs de CST très légèrement supérieures pour les ajouts de sodium étant toutefois enregistrées, soulignant la plus faible déshydratabilité des boues. Pour l'échantillon C_3 , l'ajout de Na^+ entraîne une augmentation beaucoup plus marquée du CST que celui de Ca^{2+} en proportions identiques. Il avait auparavant fait état pour l'échantillon C_3 de boue de faible aptitude à la déshydratabilité, l'ajout de Na^+ amplifie considérablement ce phénomène. L'ajout de cations entraîne une diminution de la taille des floes qui peut induire un colmatage plus aisé du filtre et contribuer à l'augmentation de la valeur du CST.

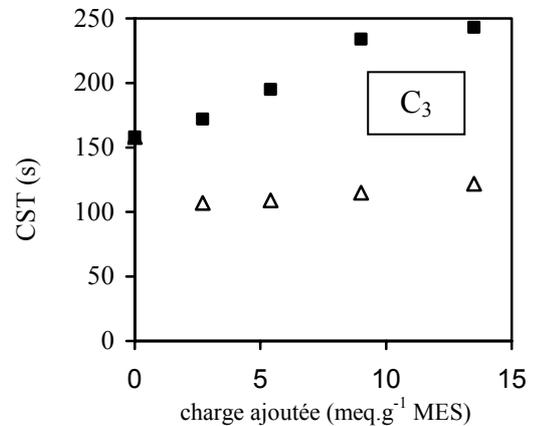
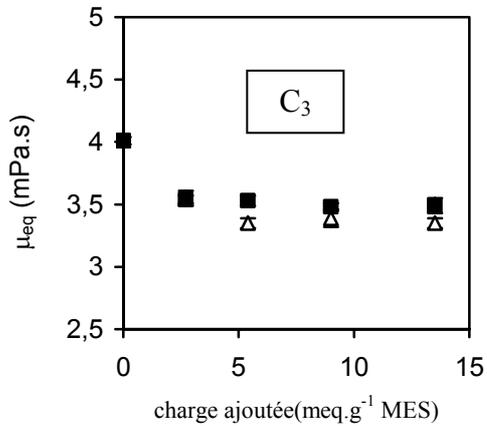
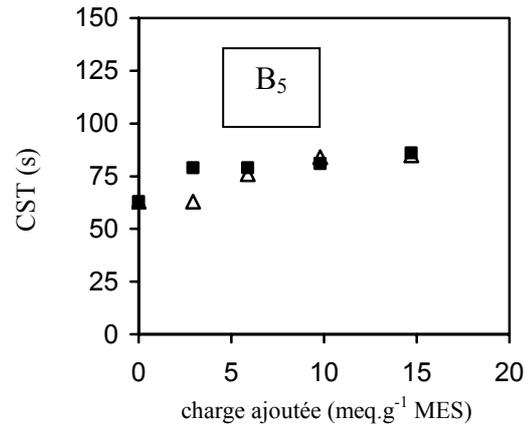
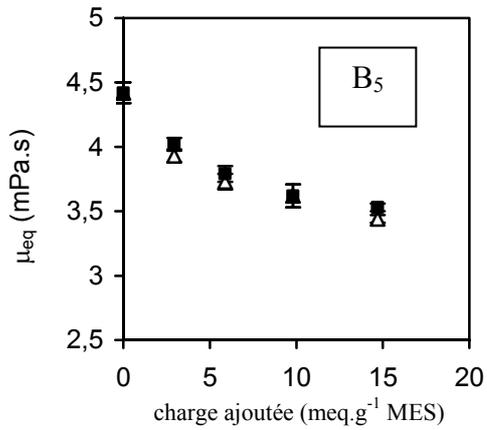
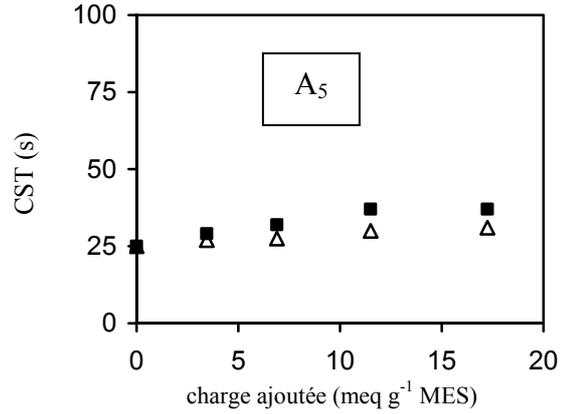
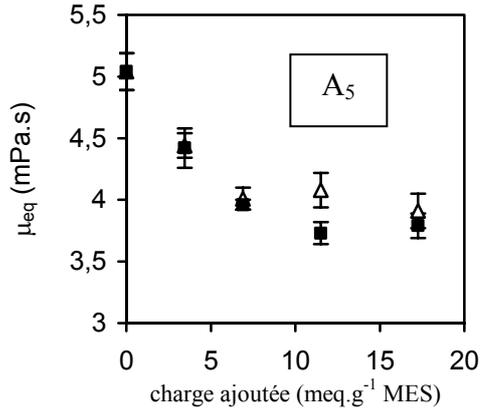


Figure 33 : Variation de μ_{eq} avec l'ajout de cations. Ca^{2+} (Δ) et Na^{+} (\blacksquare) pour les échantillons A_5 , B_5 et C_3 .

Figure 34 : Variation du CST avec l'ajout de cations. Ca^{2+} (Δ) et Na^{+} (\blacksquare) pour les échantillons A_5 , B_5 et C_3 .

III Discussion.

III.1 Effet du pH.

Les valeurs de pH extrêmes (supérieures à 9,5 et inférieures à 2,5) donnent lieu à une forte dégradation de la qualité de la boue, comme l'attestent les augmentations des valeurs des paramètres CST et turbidité du surnageant. Il est évident que dans de telles conditions de pH, les boues activées subissent de fortes modifications du point de vue physico-chimique et biologique. Plus particulièrement, les plus fortes valeurs de pH donnent lieu à des hydrolyses des constituants organiques des floccs et des polymères extra cellulaires qui changent considérablement les propriétés des boues. Pour les plus faibles valeurs de pH, la dégradation des propriétés des boues est moins prononcée, comme le montrent les plus faibles augmentations des valeurs de turbidité et de CST. Ainsi, Chen *et al.* (2001) ont montré qu'à un pH de 2,5, les polymères extracellulaires, par ailleurs considérés comme composants contribuant à augmenter fortement la viscosité des boues, peuvent être réduits, entraînant par la suite une diminution conséquente de la viscosité des échantillons de boue. La gamme de pH comprise entre 5,0 et 8,0 laisse apparaître un potentiel zéta variant très faiblement, ceci peut s'expliquer par la présence à la surface des floccs de boue de différents groupes fonctionnels tels les carboxyles, amine ou phosphates ayant différentes constantes d'ionisation (Liao *et al.* 2001). Dans la gamme considérée, ces groupes fonctionnels peuvent se comporter comme des tampons vis-à-vis des acides faibles (groupements carboxyliques des polymères et des bactéries essentiellement) et donc expliquer la faible évolution du potentiel zéta. La tendance d'évolution des paramètres μ_{eq} et potentiel zéta avec le pH semblent fortement liée, la figure 35 présente une corrélation linéaire entre ces deux paramètres. Toutefois, considérant que les pH extrêmes donnent lieu à de fortes modifications de la nature physico-chimique des floccs de boues activées, à même de masquer la sensibilité de mesures rhéologiques vis-à-vis des interactions affectant les floccs, seule la gamme de pH comprise entre 2,5 et 9,5 est considérée pour cette corrélation.

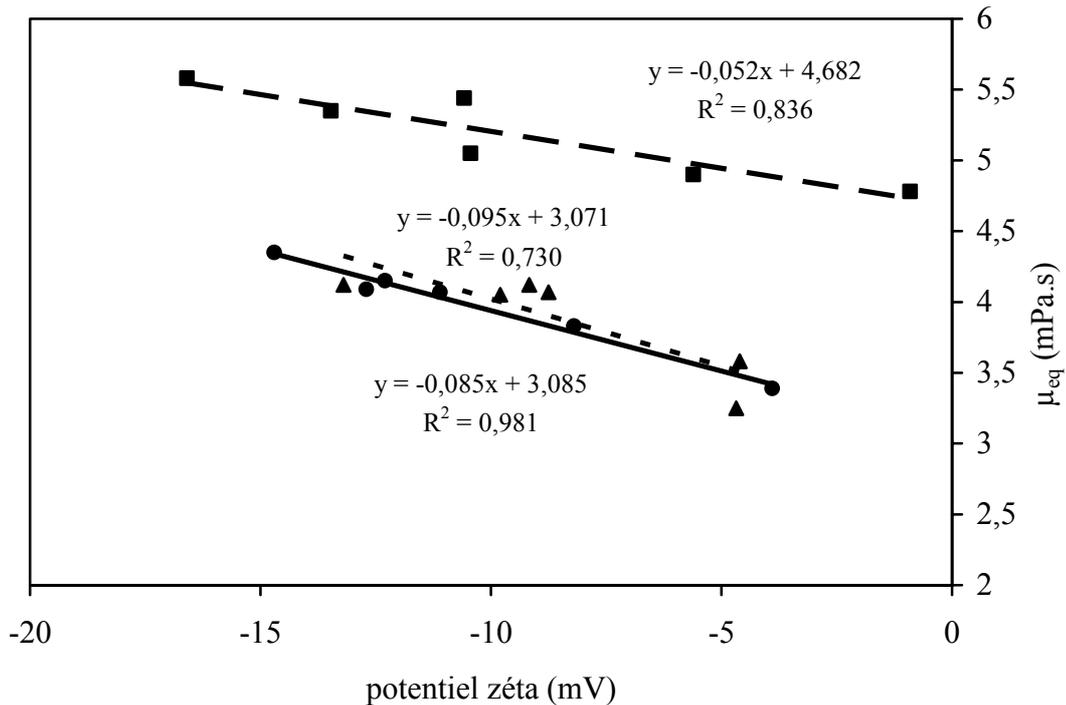


Figure 35 : Corrélation linéaire entre le potentiel zéta et μ_{eq} pour les échantillons A₄ (■), B₄ (▲) et C₂ (●) dans la gamme de pH 2,5-9,5.

Les bons coefficients de détermination obtenus pour chaque échantillon indiquent de quelle façon la charge de surface influence les propriétés rhéologiques des boues, à savoir que la viscosité diminue avec l'augmentation de la charge de surface. De plus, les valeurs des coefficients directeurs des droites décrivant la corrélation entre les deux paramètres sont très proches pour les trois échantillons, ce qui indique que la relation entre viscosité et charge de surface semble indépendante de l'origine de la boue. Considérant que la viscosité relate la nature des interactions impliquées dans l'état floculé, la diminution des répulsions électrostatiques entre les constituants des flocs signifiée par l'augmentation du potentiel zéta peut être considérée comme étant en partie responsable de la diminution de la viscosité. De plus, la seconde hypothèse pouvant être formulée pour expliquer la décroissance de la viscosité avec la baisse du pH est la diminution de l'épaisseur de la double couche des particules qui peut contribuer à diminuer les interactions physiques entre flocs du fait notamment de phénomènes de compression (Sanin 2002).

III.2 Effet de l'ajout de cations.

Les données reportées montrent que l'ajout de cations aux échantillons de boues affecte notablement la viscosité de la suspension de boues activées. L'augmentation de la charge, indépendamment de la valence du cation ajouté, entraîne une diminution de la viscosité de la suspension de boues activées. Le rôle joué par les cations dans le processus de floculation a été décrit par de nombreux auteurs. Ainsi, Cousin et Ganczarczyk (1999), Bruus *et al.* (1992) ont précisé leur rôle dans la détermination de la structure des floccs, Urbain *et al.* (1993), Sanin et Vesilind, (2000), Sobeck et Higgins (2002) ont précisé leur importance dans la biofloculation. Les cations polyvalents et plus particulièrement Ca^{2+} sont décrits comme ayant une grande affinité pour les groupements fonctionnels présentés par les polymères extracellulaires ou bien par les bactéries composant les boues activées. Zita et Hermansson (1994) ont montré que l'influence de la force ionique sur l'état de floculation des boues activées semble plus liée à des effets de compression de double couche des particules qu'à des effets de pontage entre les cations et les groupements fonctionnels à la surface des floccs. Les résultats obtenus concernant le sodium et le calcium semblent confirmer cette hypothèse car ils ont en général le même effet sur la viscosité alors que le calcium est reconnu comme meilleur flocculant que le sodium.

De plus, l'augmentation de la teneur en Ca^{2+} ou en Na^+ a pour effet d'entraîner une diminution du potentiel zéta (données non mesurables dans le cas présent du fait d'une trop forte force ionique entravant la migration horizontale des particules dans la cellule de mesure du zétamètre, mais reportées par d'autres auteurs (Zita et Hermansson (1994) ; Liao *et al.* (2001)). Or, il a été montré précédemment que la diminution du potentiel zéta entraînait une diminution de la viscosité.

Sanin (2002) reporte un effet similaire à celui du pH de la force ionique sur la viscosité de boues. Une augmentation de la force ionique affecte l'épaisseur de la double couche électrique des particules de boues et modifie la conformation des polymères présents à la surface des floccs. Ceci contribue à rendre les floccs plus compacts, la diminution de l'aire de la section du flocc exposée au fluide facilite donc l'écoulement de la boue, ce qui se traduit par une diminution de la viscosité de la suspension de boue. De plus, le transfert d'une partie de l'eau liée aux floccs vers l'eau composant la liqueur mixte des boues peut se produire sous l'effet de l'augmentation de la force ionique, ce qui contribue là encore à une diminution de la viscosité de la boue.

IV Conclusion sur l'influence de la variation de pH et de force ionique sur la viscosité de la boue.

Les changements de conditions environnementales en boues activées et plus particulièrement les variations de pH et de force ionique ont une influence sur la rhéologie de la boue, détectable à travers la viscosité à l'équilibre (μ_{eq}). Celle-ci varie de façon systématique avec les variations de pH et de force ionique, l'augmentation du pH entraîne une hausse de μ_{eq} et une hausse de la force ionique entraîne sa diminution.

Ces deux facteurs sont cités par de nombreux auteurs comme ayant une forte influence sur la rhéologie d'autres matériaux, aussi divers que des polymères, des poudres céramiques, des émulsions de protéines, etc. Mikulasek *et al.* (1997) voient ainsi la viscosité apparente de suspensions de dioxyde de titane augmenter de part et d'autre du pH_{zpc} de la suspension. Dans le cas présent, le changement de la nature des interactions entre particules sous l'effet du pH ou de la force ionique est responsable de cette variation. Plus particulièrement, l'évolution des charges de surface portées par les différentes particules constituant les boues affecte considérablement le comportement rhéologique de la suspension. Ainsi, une augmentation du pH entraîne un accroissement de la charge négative des floes et engendre des effets de répulsion plus intenses entre particules, contribuant fortement à créer une résistance à l'écoulement. D'autre part, aux plus forts pH, la matrice des floes est plus étendue (Sanin 2002) et par conséquent, les interactions entre floes sont plus marquées et la viscosité augmente.

L'effet de l'addition de cations monovalents et divalents est similaire, ils entraînent une diminution de μ_{eq} du même ordre de grandeur, ce qui tend à prouver que, plus que des phénomènes de floculation, des phénomènes liés à une compression de la double couche électronique entourant les particules sont à l'origine de cette diminution. Des phénomènes de compression des floes favorisant l'écoulement de la boue.

Les polymères extracellulaires présents à la surface des floes et contenant de nombreux groupes fonctionnels (Liao *et al.* 2001) sont à même de participer largement aux interactions entre particules (Moreno *et al.* 1999 ; Liao *et al.* 2002). La variation de la charge portée par ces composants des boues activées ainsi que leur forte implication dans la stabilité des floes jouent certainement un rôle majeur dans le comportement rhéologique de la boue sous l'influence de conditions environnementales changeantes.

CH III - SENSIBILITES DES MESURES RHEOLOGIQUES A DES FACTEURS DE DESTRUCTURATION DES FLOCS.

Les deux chapitres précédents ont permis de montrer la sensibilité des paramètres rhéologiques à des variations dans la structure des flocs, elle-même fortement dépendante des conditions environnantes. Cette sensibilité s'exprime au travers de variations systématiques des paramètres rhéologiques suite à des changements morphologiques importants (distinction entre les boues filamenteuses et non filamenteuses), suite à des changements de structure et de composition au cours du temps (stabilisation aérobie) ou bien suite à des modifications structurelles et interactionnelles (variation du pH et de la force ionique de la liqueur mixte). L'objet de la partie qui suit est d'évaluer la sensibilité des paramètres rhéologiques vis-à-vis de facteurs à même d'impliquer la déstructuration des flocs. Pour ce faire, des expérimentations en réacteur discontinu sur des échantillons de boues activées sont mises en oeuvre en ajoutant du chlore, des métaux lourds ou bien de l'EDTA.

I Partie expérimentale.

I.1 Chloration.

La chloration est parfois employée à titre curatif pour traiter les foisonnements filamenteux en boues activées (Ramirez *et al.* 2000 ; Caravelli *et al.* 2003). Les expérimentations ont été menées sur deux types de boues :

- des boues présentant un foisonnement filamenteux important pour lesquelles le suivi de r_{Ha} en fonction de la dose de chlore ajoutée est mis en oeuvre.
- Des boues saines, c'est-à-dire des boues exemptes de foisonnement filamenteux, le suivi du paramètre viscosité à l'équilibre (μ_{eq}) est mis en oeuvre pour tester la sensibilité de ce paramètre vis-à-vis de la chloration.

Les essais sont réalisés en réacteur discontinu, le chlore est ajouté sous forme d'hypochlorite de sodium (eau de javel, 35 °chlorométrique) à 200 mL de boues soumises à agitation.

I.2 Métaux lourds.

La toxicité des métaux lourds sur les boues activées a été démontrée par de nombreux auteurs (Zarnovsky *et al.* 1994 ; Madoni *et al.* 1996 ; Chipasa 2003), leur présence en excès dans les effluents à traiter peut notamment générer une baisse importante de l'activité des microorganismes et des phénomènes de défloculation. L'objet de cette partie est de tester l'influence de l'apport de métaux lourds dans la biocénose des boues activées sur la viscosité de la boue via le suivi du paramètre μ_{eq} en fonction de la dose de métal ajoutée. Des doses croissantes de métaux sont apportées par micro-ajouts à 200 mL de boues pour deux échantillons d'origine différente.

I.3 EDTA.

L'EDTA possède de fortes propriétés chélatantes vis-à-vis des cations (Fytianos et Charantoni 1998), son adjonction à de la boue est donc susceptible d'avoir un effet défloculant par le biais de chélation de cet agent avec des cations participant aux pontages entre constituants des floes et notamment avec le calcium (Kakii *et al.* 1986). Des ajouts d'EDTA à 200 mL de boues activées sont réalisés dans la gamme 0,1-0,5 mg.g⁻¹ MES et la détermination du paramètre μ_{eq} est effectuée à diverses doses d'EDTA.

II Effet de la chloration.

II.1 Boues saines.

Les figures 36 et 37 présentent respectivement l'évolution de μ_{eq} avec la dose de chlore ajoutée (exprimée en mg de Cl₂ par g de MES) pour les deux échantillons de boues A₆ et B₆.

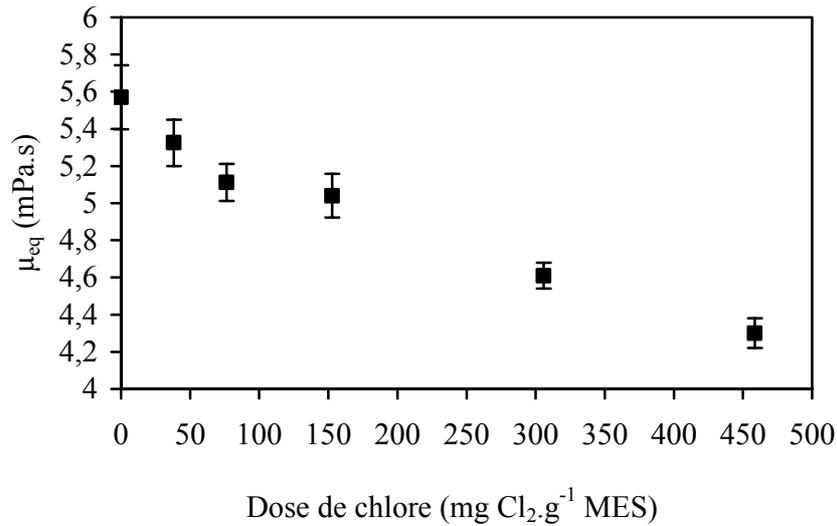


Figure 36 : Evolution de μ_{eq} avec la dose de chlore fournie, échantillon A₆, MES = 10,9 g.L⁻¹.

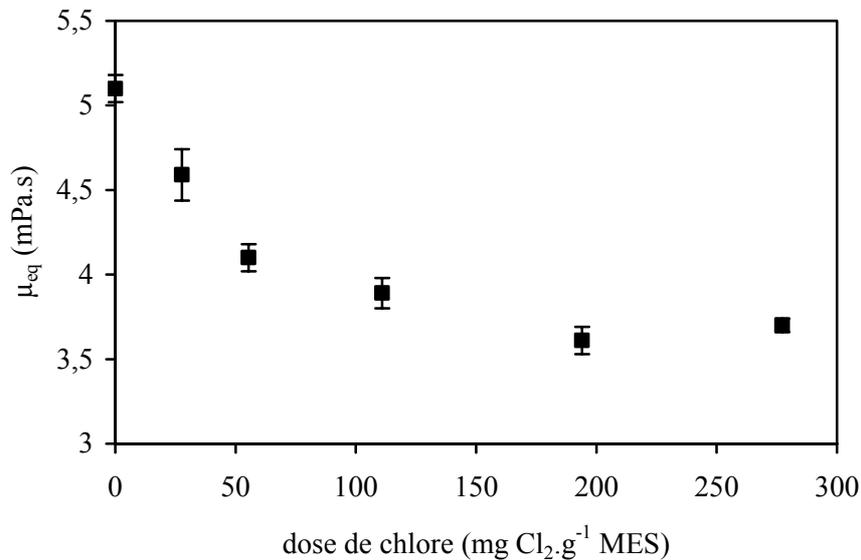


Figure 37 : Evolution de μ_{eq} avec la dose de chlore fournie, échantillon B₆, MES = 10,3 g.L⁻¹.

L'ajout de chlore induit une diminution de la viscosité à l'équilibre (μ_{eq}) de la boue pour les deux échantillons étudiés, cette diminution est de l'ordre de 25 à 30 % de la viscosité initiale de la boue pour les plus fortes doses ajoutées. La plus forte décroissance du paramètre μ_{eq} ayant lieu entre 0 et 50 mg de Cl₂ ajouté par g de MES. Cette diminution de la viscosité témoigne d'une défloculation des échantillons sous l'influence du chlore.

II.2 Boues filamenteuses.

Les figures 38 et 39 présentent respectivement l'évolution de rHa avec la dose de chlore (exprimée en mg de Cl_2 par g de MES) pour les échantillons de boues A_{F2} et B_{F2} .

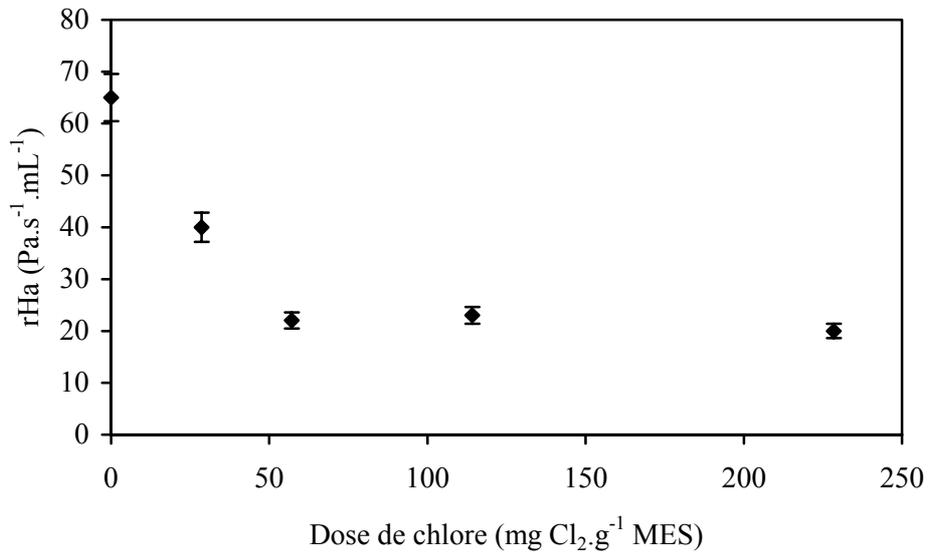


Figure 38 : Evolution de rHa avec la dose de chlore fourni. Echantillon A_{F2} , $MES = 5,0 \text{ g.L}^{-1}$

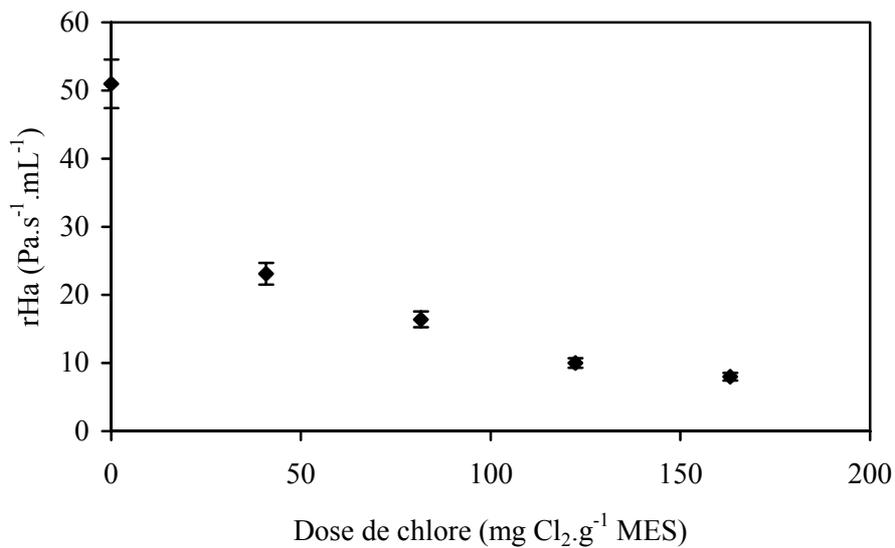


Figure 39 : Evolution de rHa avec la dose de chlore fournie, échantillon B_{F2} , $MES = 7 \text{ g.L}^{-1}$

L'ajout de chlore engendre une nette diminution du paramètre r_{Ha} allant de 70 % de la valeur initiale pour l'échantillon A_{F2} jusqu'à 80 % pour l'échantillon B_{F2} . Des doses de l'ordre de 100 mg de Cl_2 par g de MES permettent d'atteindre un abattement maximum.

II.3 Conclusion sur l'impact de la chloration sur les paramètres rhéologiques.

Le chlore est toxique pour tous les microorganismes, toutefois, son emploi constitue un moyen efficace de lutte contre les foisonnements filamenteux du fait que les germes filamenteux sont le plus souvent libres dans le liquide interstitiel et présentent une surface d'échange avec celui-ci beaucoup plus importante que les microorganismes non filamenteux qui se trouvent pour leur part incorporés aux floes et sont donc plus difficilement accessibles. L'ajout de chlore aux boues filamenteuses induit une importante variation de leurs propriétés rhéologiques signifiée par une forte décroissance du paramètre r_{Ha} avec des doses croissantes de chlore. Cette diminution peut s'expliquer par l'atteinte préférentielle de l'intégrité des cellules bactériennes constituant les filaments, créant ainsi des zones de rupture des filaments. Il a été précédemment montré que les enchevêtrements entre filaments créaient des structures résistantes à l'écoulement et engendraient une forte augmentation de la valeur de r_{Ha} , les points de rupture créés par le chlore tendent donc à favoriser fortement l'écoulement de la boue car l'énergie à fournir pour rompre ces structures résistantes diminue fortement avec les doses croissantes de chlore. Les doses usuellement employées en traitement des foisonnements varient généralement de 2 à 6 mg de Cl_2 par jour et par g de MES traité et peuvent parfois atteindre 15 mg de Cl_2 par jour et par g de MES traité. Pour les plus faibles doses, il est difficile de distinguer l'effet de la chloration sur le r_{Ha} , par contre, dès l'atteinte de doses de l'ordre de 10 mg de Cl_2 par g de MES traité, la variation de r_{Ha} se révèle significative de l'effet déstructurant du chlore sur les filaments.

Concernant le suivi de l'effet de la chloration de boues saines, l'étude menée vise essentiellement à déterminer l'influence de la structure des floes et de leur cohésion sur la viscosité puisque le suivi d'une telle évolution n'a pas d'application directe en tant que telle pour le suivi de la qualité de boues activées dans la mesure où la chloration en bassin d'aération de boues activées n'est appliquée que pour traiter les foisonnements filamenteux. La diminution du paramètre μ_{eq} avec les doses croissantes de chlore ajoutées semble liée à une fragilisation des floes qui peut induire une diminution de leur taille sous l'influence de la vitesse de cisaillement à laquelle ils sont soumis et par là même faciliter leur écoulement.

III Influence de l'apport de métaux lourds sur la rhéologie des boues.

III.1 A pH constant.

Le choix concernant les métaux lourds s'est porté sur le plomb et le cadmium, avec conjointement l'utilisation du calcium afin de pouvoir disposer d'éléments pour différencier l'influence de la toxicité des métaux à celle de l'augmentation de la force ionique sur le paramètre μ_{eq} , ceci à pH constant (pH initial de la boue).

Les figures 40 et 41 présentent respectivement l'évolution de μ_{eq} avec la charge de métal ajoutée pour les échantillons A₇ et B₇ maintenus à pH constant (pH = 6,6 pour A₇ et pH = 7,0 pour B₇).

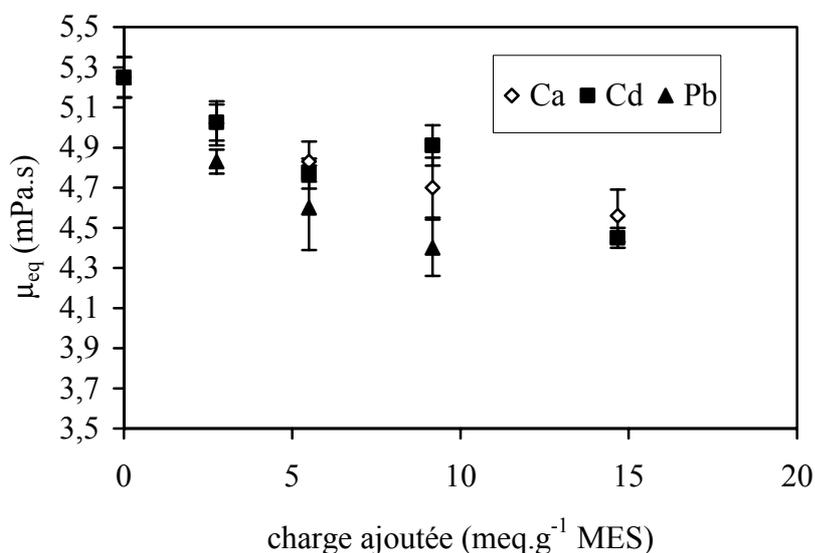


Figure 40 : Variation de μ_{eq} en fonction de la charge ajoutée de différents métaux.

Echantillon de boues A₇, MES = 10,9 g.L⁻¹.

L'évolution de μ_{eq} est similaire pour les trois métaux étudiés, elle diminue avec l'augmentation de la charge ajoutée. La viscosité varie d'une valeur de 5,25 mPa.s pour la boue brute à une valeur minimale de 4,40 mPa.s pour un ajout de plomb de 9,2 meq.g⁻¹ de MES.

Le cadmium semble induire une valeur μ_{eq} légèrement inférieure à celle fournie par le calcium et le plomb à charge ajoutée équivalente, ces derniers fournissant pour leur part des valeurs très proches.

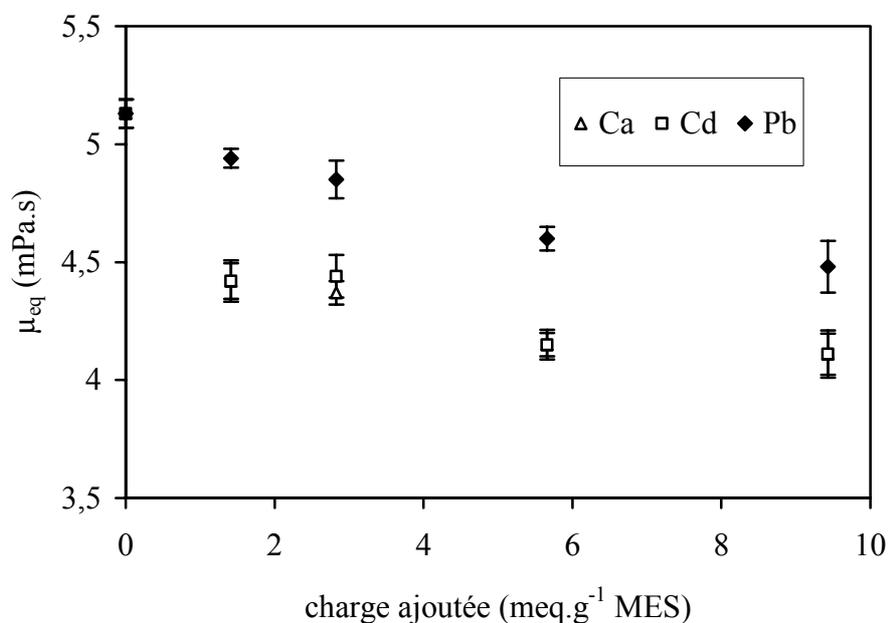


Figure 41 : Variation de μ_{eq} en fonction de la charge ajoutée de différents métaux.

Echantillon de boues B₇, MES = 10,6 g.L⁻¹.

La viscosité varie d'une valeur de 5,13 mPa.s pour la boue brute à une valeur minimale de 4,11 mPa.s pour un ajout de cadmium de 9,2 meq.g⁻¹ de MES. La diminution de la valeur de μ_{eq} enregistrée est pour l'échantillon B₇ similaire pour le calcium et le cadmium, par contre, celle engendrée par le plomb est légèrement inférieure comparativement à l'échantillon A₇.

III.2 Effet du pH.

L'effet sur μ_{eq} de l'ajout de plomb (à hauteur de 10 meq.g⁻¹ de MES) à trois valeurs de pH différentes est testée sur l'échantillon de boue A₈, les résultats obtenus sont exposés figure 42. L'objet de cette partie est d'étudier si les valeurs de pH assez basses, valeurs pour lesquelles on retrouve le plomb sous sa forme la plus toxique (forme libre), génèrent des variations de viscosité plus fortes que peut ne le faire une simple diminution de pH de la boue.

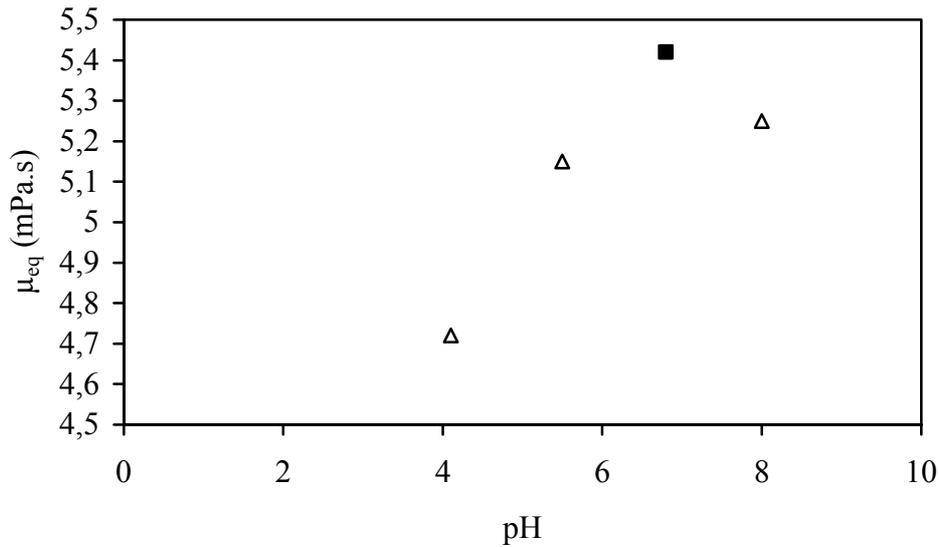


Figure 42 : Evolution de μ_{eq} avec le pH suite à l'ajout de plomb (Δ) (10 meq.g^{-1} MES), comparaison avec la boue brute (\blacksquare), échantillon A_8 , $MES = 12,6 \text{ g.L}^{-1}$.

Il apparaît que le paramètre μ_{eq} décroît lorsque le pH diminue mais de façon analogue à ce qui a été obtenu dans le chapitre précédent (diminution de l'ordre de 10 % de la valeur μ_{eq} pour un pH qui passe de 6 à 4). Il est donc difficile de conclure quant à la possibilité de détection de l'effet destructurant des métaux lourds via une mesure rhéologique, l'effet d'une simple diminution de pH ayant la même influence, et ce, dans les mêmes proportions (chapitre II, II.2.1).

III.3 Conclusions sur l'influence de métaux lourds sur la rhéologie des boues.

Les résultats présentés dans cette partie ne permettent pas de mettre en avant une influence particulière de l'ajout de métaux lourds aux boues activées sur leur comportement rhéologique. En effet, en comparaison à l'évolution de la viscosité suite à l'augmentation de la force ionique du milieu ou bien lors de la variation de pH, la diminution de la viscosité à l'équilibre (μ_{eq}) engendrée par les métaux lourds demeure du même ordre de grandeur que celle enregistrée par exemple pour un ajout de calcium ou bien pour une simple variation de pH. Ainsi, les effets liés à l'augmentation de la force ionique du milieu suite à l'introduction de métaux lourds et la variation de structure des floes qui en découle (phénomène de compression notamment) est à même d'être la cause de la diminution de μ_{eq} tout autant que

des phénomènes d'atteinte de l'intégrité des cellules bactériennes composant les floccs créant des points de ruptures préférentiels et donc une résistance moindre à l'écoulement.

IV Effet de l'EDTA sur μ_{eq} .

La figure 43 présente l'évolution de μ_{eq} avec la dose d'EDTA ajoutée à la boue activée d'une part lorsque le pH est maintenu à une valeur constante et d'autre part pour une valeur de pH non régulée, pour exemple, sur le domaine exploré, pour 0,4 mg d'EDTA ajouté par g de MES, le pH diminue jusqu'à 4.

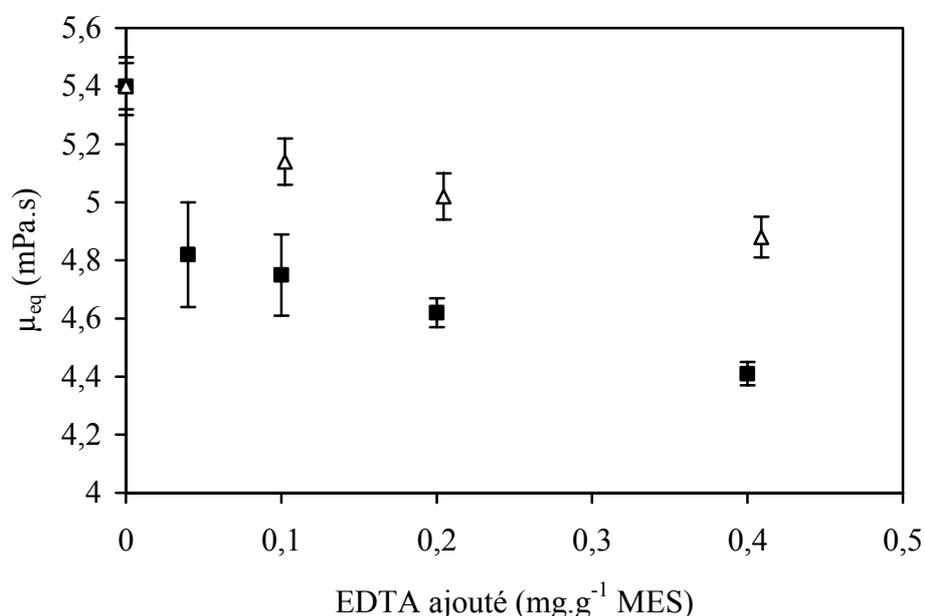


Figure 43 : Evolution de μ_{eq} avec la dose d'EDTA ajoutée pour une valeur de pH non régulée (■) et pour une valeur de pH = 6,5 (Δ). Echantillon de boues A₉ (MES = 12 g.L⁻¹)

Il apparaît que la diminution de viscosité en présence d'EDTA pour un pH non régulé est plus importante que celle observée avec un pH fixé à 6,5. Ainsi, elle diminue au maximum de 10 % pour 0,4 mg d'EDTA ajouté par g de MES à pH = 6,5 contre une diminution de 19 % pour un pH non régulé. L'effet de la diminution de pH vient certainement renforcer la diminution de μ_{eq} liée à la présence même de l'EDTA dans le cas où l'on ne fixe pas le pH, il est donc difficile dans ce cas de conclure quant à l'effet de l'EDTA sur μ_{eq} . Par contre, lorsque l'on s'affranchit de la variation de pH, on note une diminution significative de la

viscosité. Les hypothèses pouvant alors être envisagées pour expliquer ce phénomène sont soit une fragilisation du floc du fait de la chélation par l'EDTA d'agents pontants intervenant dans la structure des floes (cations divalents notamment) soit une augmentation de la charge de surface portée par les floes liée à la présence de l'EDTA.

V Conclusions sur l'influence de facteurs déstructurant sur la rhéologie des boues activées.

La chloration permet de noter une évolution de rHa significative d'une détérioration de l'état de floculation effectivement liée à l'action destructuratrice du chlore vis-à-vis des floes de boue. Sur des boues présentant un développement filamenteux important, l'effet de fragilisation des filaments par le chlore est clairement démontré par la forte diminution du paramètre rHa. Pour une boue exempte de foisonnement filamenteux, une diminution du paramètre μ_{eq} est notée elle aussi pour des doses croissantes de chlore, témoignant certainement d'un phénomène de défloculation ou de diminution de la cohésion des floes sous l'influence conjuguée du chlore et du cisaillement, conduisant à l'obtention de floes de plus petite taille.

L'effet destructurant des métaux lourds ou bien de l'EDTA ne s'exprime par contre pas significativement à travers des modifications rhéologiques du fait que des phénomènes autres tels une diminution de la charge de surface ou bien une compression des floes peuvent être responsables de la diminution du paramètre μ_{eq} .

CH IV - APPLICATION DES PROPRIETES THIXOTROPES A LA DETECTION DE BULKING FILAMENTEUX - COMPARAISON AVEC LES PARAMETRES DECRIVANT LA DECANTABILITE DES BOUES ACTIVEES.

Le comportement rhéologique singulier des boues activées présentant un foisonnement de bactéries filamenteuses a été évoqué dans le premier chapitre. Moyennant l'utilisation d'un protocole de mesure adapté, le foisonnement filamenteux peut être mis en évidence par la surface d'hystérese alors développée par les rhéogrammes (rHa). La partie qui suit vise dans un premier temps à montrer la pertinence de l'utilisation de ce paramètre en vue de la détection de bulkings filamenteux. Dans un second temps, les informations fournies par le suivi de l'évolution du paramètre rHa sont comparées à l'évolution de paramètres usuels que sont SVI et Fo, servant à caractériser l'aptitude à la décantation des boues, lors du développement de bulkings filamenteux. Une dernière partie aura pour objectif de tester le paramètre rHa comme indicateur de l'aptitude à la décantation de la boue en le comparant à la vitesse de sédimentation (ZSV) pour différents échantillons de boues.

I Partie expérimentale.

I.1 Echantillonnage, conditionnement.

Les échantillons de boues sont prélevés en sortie de bassin d'aération de six des stations d'épuration décrites dans la partie B. Ils sont conditionnés, immédiatement après prélèvement en réacteur dynamique et alimentés selon le mode décrit dans la partie B.

I.2 Modes de caractérisation des boues.

Le suivi de l'évolution des caractéristiques rhéologiques des échantillons de boues est effectué en mesurant le paramètre rHa selon le protocole de mesure optimisé défini dans le chapitre I de la partie C. La détermination conjointe des paramètres décrivant la décantabilité des boues (Fo, SVI ou ZSV) est effectuée sur certains échantillons pour les études traitant de la comparaison du potentiel d'information sur la qualité de la boue fourni par la rhéologie d'une part et les indices de décantation d'autre part.

La détermination des teneurs en sucre des boues (Dubois *et al.*, 1956) et le classement de la teneur en filament selon l'échelle d'Eikelboom sont effectués et une comparaison entre les paramètres obtenus et le paramètre rHa ont pour objet de permettre une comparaison quantitative entre paramètres relatant l'évolution de la teneur en filaments durant les bulkings.

II Suivi rhéologique du développement de plusieurs bulkings.

II.1 Résultats expérimentaux.

La figure 44 présente, au cours du développement de bulkings filamenteux, l'évolution de rHa pour trois échantillons de boues (A_{F3} , B_{F3} et C_{F1}), les résultats obtenus sont présentés sans tenir compte de la variation de la MES inhérente à l'évolution de la boue activée durant le temps d'expérimentation. Toutefois, il paraît opportun de préciser que l'amplitude maximale entre deux valeurs de MES n'excède pas $1,5 \text{ g.L}^{-1}$ au cours de l'expérimentation pour une même boue.

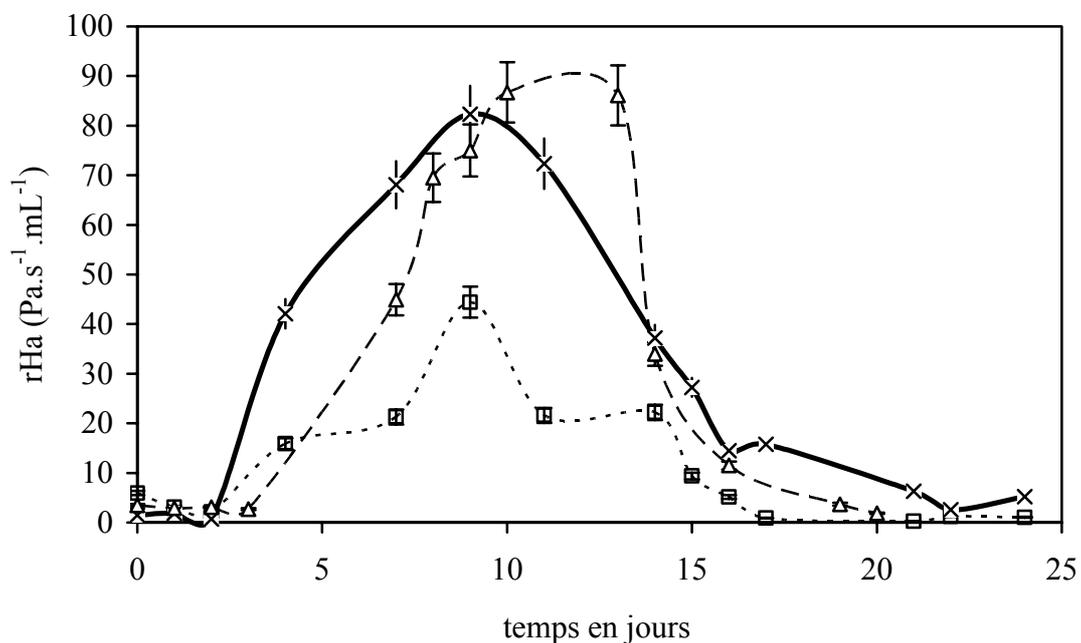


Figure 44 : Evolution de rHa lors de l'évolution de 3 bulkings : A_{F3} (\square), B_{F3} (Δ) et C_{F1} (\times).

La figure 45 présente le même suivi d'évolution des bulkings pour les différents échantillons que la figure 44 mais avec une valeur de rHa réduite à l'unité de masse de façon à être à même de comparer les trois bulkings entre eux et plus particulièrement en terme d'intensité. Rigoureusement, comme évoqué dans le chapitre I de la partie C, il faudrait utiliser la relation exponentielle liant la MES et rHa pour effectuer cette réduction. Toutefois, eu égard à la faible variation de la MES durant l'expérimentation (amplitude maximale de $1,5 \text{ g.L}^{-1}$), la réduction de ce paramètre à l'unité de masse en utilisant une approximation basée sur la considération d'une variation linéaire de rHa avec les MES demeure acceptable.

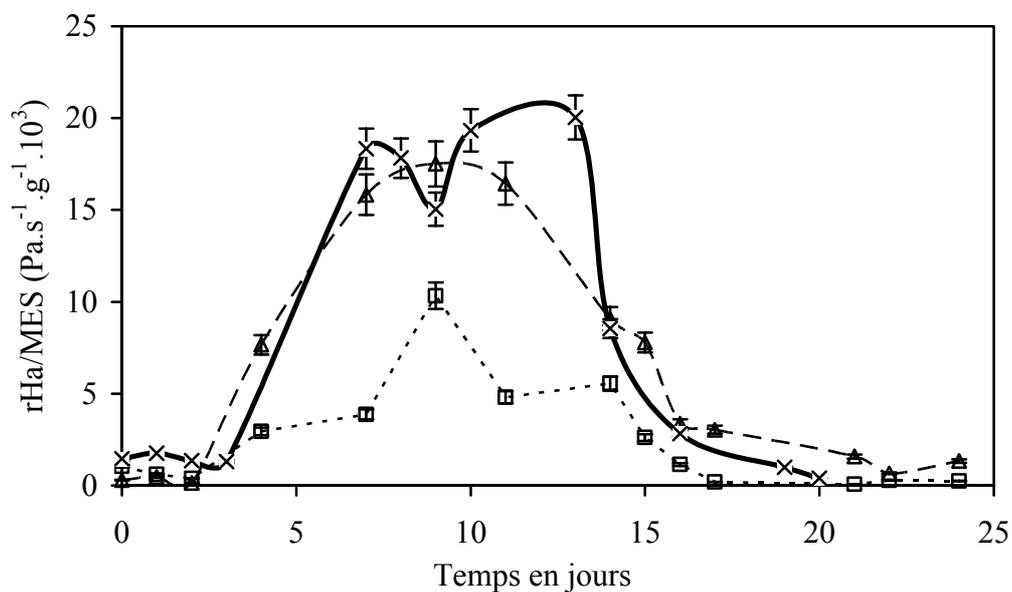


Figure 45 : Evolution de rHa/MES lors de l'évolution de 3 bulkings : A_{F3} (□), B_{F3} (Δ) et C_{F1}

(+).

II.2 Interprétation des résultats

Les deux graphes présentent des évolutions très similaires, aussi, seule la figure 44 sera utilisée pour décrire l'évolution de la croissance filamenteuse au cours du temps, et ce, indépendamment de la variation de la teneur en MES des échantillons de boue. La figure 45 permettra quant à elle de discuter de la différence d'intensité des bulkings pour les différentes boues, le paramètre rhéologique utilisé pour la comparaison entre les échantillons étant rapporté à l'unité de masse.

Quatre zones correspondant à des phases distinctes de la croissance filamenteuse sont mises en évidence. Durant la première phase (les 4 premiers jours), le paramètre rhéologique rHa demeure à des valeurs n'excédant pas $5 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mL}^{-1}$, témoignant par la même de l'absence de filaments dans les échantillons de boue.

La seconde phase (du cinquième au neuvième jour) voit croître considérablement le paramètre rhéologique rHa jusqu'à l'obtention de valeurs seuil situées à environ $80 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mL}^{-1}$ pour les boues B_{F3} et C_{F1} et à $45 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mL}^{-1}$ pour la boue A_{F3} .

La troisième phase (du neuvième au treizième jour) voit le paramètre rHa stagner à sa valeur maximale pour les échantillons B_{F3} et C_{F1} , ceci correspond à l'obtention de la croissance maximale en bactéries filamenteuses qu'il est possible d'obtenir dans les conditions opératoires de cette étude. Pour l'échantillon C_{F1} , la valeur maximale de rHa n'est pas conservée durant ce laps de temps, elle tend à diminuer dès le dixième jour.

L'équilibre des populations bactériennes pour un tel milieu étant atteint, il a été décidé de procéder à l'arrêt de l'alimentation en nutriments et à l'augmentation de l'aération du réacteur de façon à induire de nouveau une évolution de la population bactérienne, ces nouvelles conditions sont appliquées à partir du treizième jour de fonctionnement du pilote.

Suite à la mise en œuvre de ces nouvelles conditions, une décroissance progressive de rHa jusqu'à une valeur proche de 0 se produit et témoigne de la disparition progressive de la population bactérienne filamenteuse.

Le suivi par observation microscopique des floccs a permis de suivre visuellement l'évolution de l'état de floculation des boues au cours du suivi et donc de confirmer la présence ou l'absence de filamenteuses dans les différents échantillons. Les figures 46a, b, c illustrent ces propos en présentant des clichés de boues à différentes teneurs en filaments.

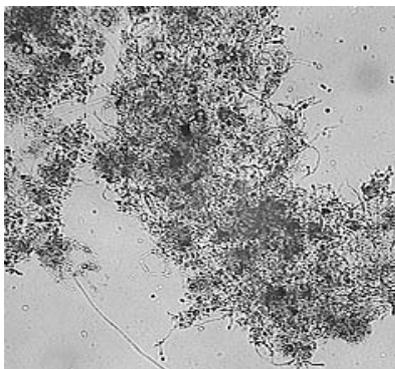


Figure 46.a : floccs non filamenteux (B_{F3} , 1^{er} jour, grossissement 400) .

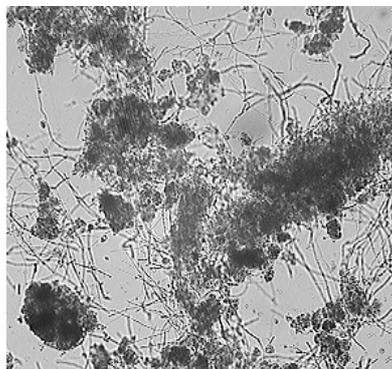


Figure 46.b : floccs filamenteux (B_{F3} , 5^{ème} jour, grossissement 400).

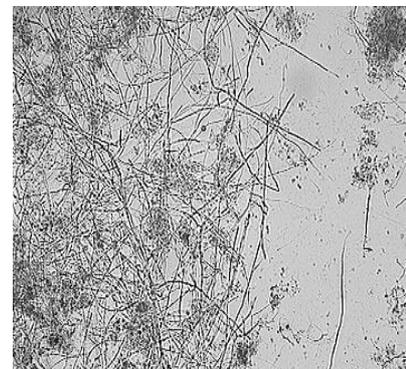


Figure 46.c : floccs fortement filamenteux (B_{F3} , 11^{ème} jour, grossissement 400).

Considérant maintenant la figure 45 et plus particulièrement les valeurs maximales atteintes par le paramètre rhéologique rHa/MES , il apparaît que les boues B_{F3} et C_{F1} atteignent des valeurs très proches de l'ordre de $17 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{g}^{-1}\cdot 10^3$, alors que la boue A_{F3} atteint seulement une valeur de $10 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{g}^{-1}\cdot 10^3$. La différence enregistrée indique une certaine sensibilité de ce paramètre, à teneur en MES identique, vis-à-vis de la densité de filaments mais certainement aussi dans une moindre mesure, vis-à-vis de la morphologie des filaments (taille, épaisseur) susceptible de varier selon l'espèce filamenteuse prédominante. En effet, leur morphologie détermine certainement en partie la solidité des structures qui se créent entre filaments et floes et qui sont responsables de la résistance à l'écoulement lors des montées en vitesse de cisaillement.

II.3 Comparaison avec des paramètres représentatifs des bulkings filamenteux.

L'objet de cette partie est d'effectuer une comparaison de la variation du paramètre rhéologique avec celle de paramètres pouvant être utilisés pour quantifier la présence de filaments durant des épisodes de foisonnement. Pour ce faire, deux échantillons de boues activées sont conditionnés en pilote de laboratoire. Les suivis conjoints de rHa/MES , de la teneur en sucres des floes et de la teneur en filaments selon la méthode d'Eikelboom et Van Buijsen (1983) sont réalisés.

La figure 47 présente l'évolution de rHa/MES au cours de l'évolution du foisonnement. Une augmentation significative de rHa/MES , témoignant de l'apparition d'un bulking filamenteux, est détectée le quatrième jour pour l'échantillon A_{F4} et le huitième jour pour l'échantillon B_{F4} .

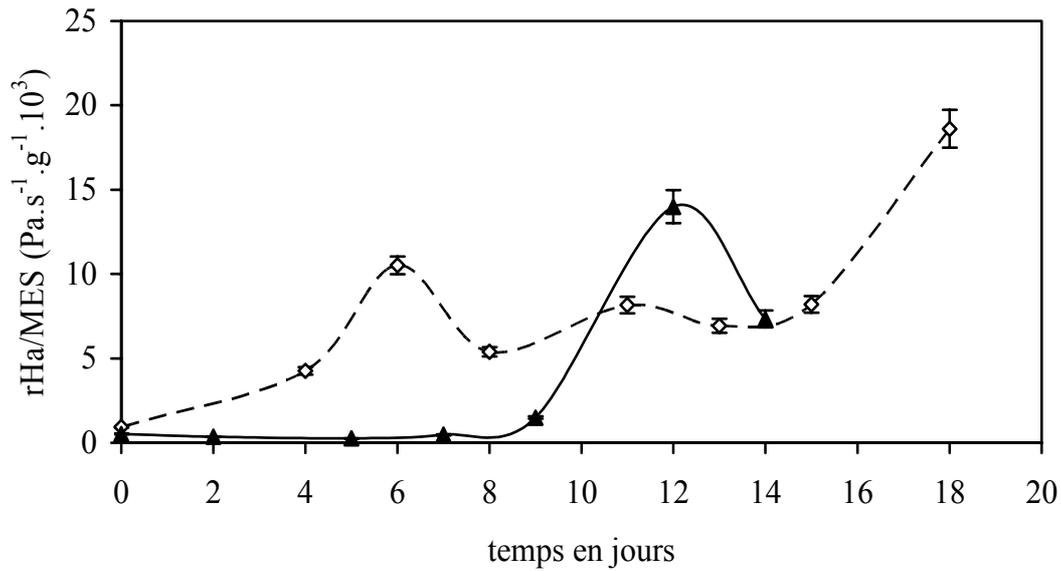


Figure 47 : Evolution de rHa/MES pour deux échantillons de boue, B_{F4} (▲) et A_{F4} (◇).

II.2.1 Comparaison avec la quantification des filaments selon la méthode d'Eikelboom.

Une observation microscopique de lamelles de boues activées est réalisée et la présence de filaments est quantifiée en utilisant l'échelle d'Eikelboom (1983). Cette échelle classe les intensités de foisonnement filamenteux selon des échelons croissants de 0 à 5, l'intensité des bulkings augmentant de façon concomitante avec les échelons.

Les résultats obtenus pour les deux échantillons sont présentés dans le tableau 11.

Tableau 11 : Evolution du paramètre rhéologique et de la teneur en filaments en fonction du temps lors de l'évolution de deux bulking filamenteux.

Echantillon	Temps en jours	rHa/MES $Pa.s^{-1}.g^{-1}.10^3$	Teneur en filaments selon l'échelle d'Eikelboom
A_{F4}	0-4	2-4	0-1
	4-15	4-10,5	2-3
	> 15	> 11	4
B_{F4}	0-9	2-3	0-1
	9-11	3-4	2
	> 11	> 5	3-4

Les premiers jours, lorsque la boue ne présente pas de caractère filamenteux, r_{Ha}/MES demeure à des valeurs inférieures à $4 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{g}^{-1}\cdot 10^3$ et la teneur en filaments demeure faible pas plus de 1 sur l'échelle d'Eikelboom. Ensuite, elle augmente progressivement avec le paramètre r_{Ha}/MES , jusqu'à atteindre le quatrième échelon pour l'échantillon A_3 et entre les échelons 3 et 4 pour l'échantillon B_3 .

La tendance d'évolution de r_{Ha}/MES et de la teneur en filaments des échantillons selon l'échelle d'Eikelboom sont fortement similaires, la croissance des deux paramètres étant conjointe avec la multiplication des bactéries filamenteuses. Quelques irrégularités sont notées dans la phase de croissance des bactéries filamenteuses selon le paramètre r_{Ha}/TSS (jour 6 pour l'échantillon A_{F4} , jour 14 pour l'échantillon B_{F4}). Des variations dans le ratio bactéries formeuses de floccs/bactéries filamenteuses peuvent être la cause de ces variations, de faibles changements dans les conditions opératoires du pilote de laboratoire pouvant modifier ce ratio.

II.2.2 Comparaison avec la teneur en sucre des floccs de boue.

Les bactéries filamenteuses et plus particulièrement leurs gaines sont reconnues comme étant constituées d'une forte fraction polysaccharidique (Haslay et Leclerc 1993). Il est donc envisagé dans cette partie d'étudier l'évolution de la teneur en sucre au cours du développement des deux foisonnements filamenteux afin de s'en servir de critère de comparaison avec le paramètre rhéologique pour quantifier le bulking filamenteux.

La figure 48 fait état des résultats obtenus pour les échantillons A_{F4} et B_{F4} , la teneur en sucre étant déterminée à partir du moment où le foisonnement filamenteux apparaît, c'est-à-dire dès le quatrième jour pour A_{F4} et le septième jour pour B_{F4} .

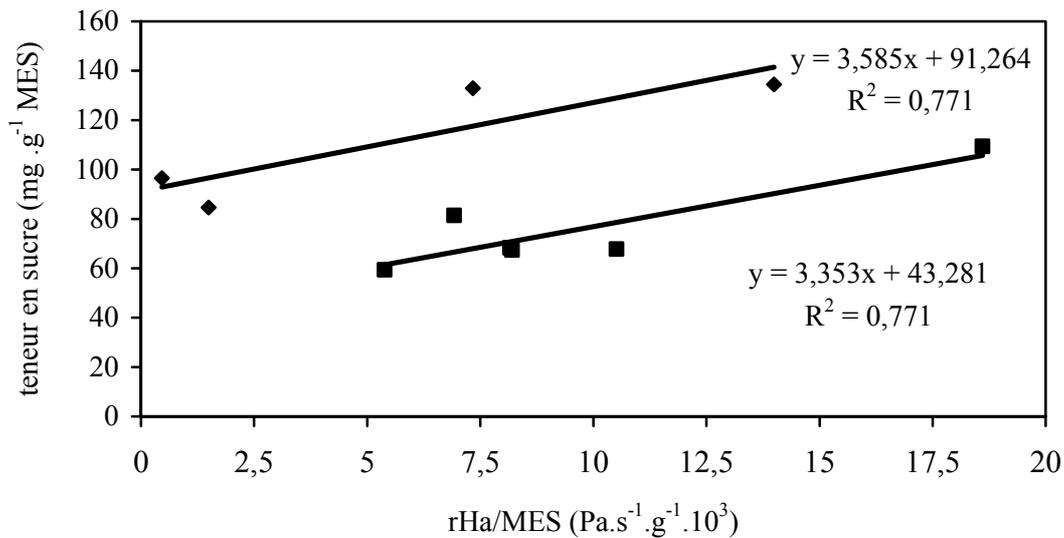


Figure 48 : Corrélation entre la teneur en sucre et rHa/MES lors du développement des foisonnements filamenteux pour les échantillons A_{F4} (◆) et B_{F4} (■).

Il apparaît que la teneur en sucre des échantillons de boues augmente en même temps que le paramètre rHa/MES, c'est-à-dire en même temps que la teneur en bactéries filamenteuses s'accroît. Une corrélation linéaire permet la description de l'évolution de ces paramètres avec un coefficient de détermination R^2 supérieur à 0,77. Alors que la teneur en sucre augmente d'environ deux fois lors du développement du foisonnement filamenteux, la valeur rHa/MES est multipliée par quatre. Il faut toutefois garder à l'esprit que des variations dans les teneurs en sucre externes et internes des microorganismes non filamenteux peuvent aussi intervenir.

III Comparaison de l'évolution de rHa avec les indices de décantation lors du développement de bulkings filamenteux.

Le foisonnement filamenteux se traduit en général par une chute de l'aptitude de la boue à décanter. La dégradation des valeurs des indices de décantation que sont le SVI et le flux de sédimentation peuvent donc fournir des indications quant à la présence d'un bulking filamenteux. L'objet de cette partie est donc de comparer le potentiel d'informations fourni par la détermination de rHa avec celui fourni par SVI et F_o , en vue de la détection de bulkings. Les valeurs de rHa présentées ont été obtenues indépendamment de la variation naturelle au cours du temps de la teneur en MES de la boue contenue dans le réacteur. De la sorte, on se propose d'interpréter directement la variation de la valeur du paramètre rHa, afin

d'en faire un outil de détection simple et direct des bulkings filamenteux en bassins d'aération de boues activées.

III.1 Caractéristiques initiales des échantillons de boues activées

Le tableau 12 récapitule les principales caractéristiques initiales des échantillons de boues activées, c'est-à-dire les valeurs des MES, MVS et indices de décantation des boues déterminés immédiatement après prélèvement des échantillons dans les six différentes STEP.

Tableau 12 : Caractéristiques initiales des boues activées.

Echantillon de boue	MES g.L ⁻¹	MVS % MES	ZSV cm.s ⁻¹	SVI mL.g ⁻¹	Fo. 10 ³ g.cm ⁻² .s ⁻¹
A _{F5}	5,5	61,8	0,0109	163	0,0599
B _{F5}	5,0	84,0	0,0159	177	0,0795
C _{F2}	2,4	75,0	0,0095	378	0,0280
D _{F2}	3,0	56,7	n.d	n.d	n.d
E _{F1}	5,5	61,8	0,0483	178	0,2685
F _{F1}	2,5	76,0	0,0269	380	0,0673

Ces échantillons de boues sont ensuite conditionnés en pilote de laboratoire et sont soumis aux conditions opératoires décrites dans la partie B.

III.2 Comparaison rHa-SVI

La figure 49 présente l'évolution conjointe des paramètres rHa et SVI lors du développement et de l'évolution d'un bulking filamenteux (échantillon A_{F5}). Durant les cinq premiers jours, le paramètre rHa demeure constant et à une valeur très proche de 0, indiquant l'absence de prolifération filamenteuse. A partir du sixième jour, la valeur de rHa augmente considérablement, témoignant par là même de la prolifération filamenteuse en passant d'une valeur nulle à une valeur supérieure à 10 Pa.s⁻¹.mL⁻¹ jusqu'à atteindre des valeurs supérieures à 60 Pa.s⁻¹.mL⁻¹ le 19^{ème} jour.

Le paramètre SVI oscille entre des valeurs de 50 et 140 mL.g⁻¹ durant les 9 premiers jours, témoignant d'une aptitude correcte de la boue à sédimenter pour ensuite considérablement augmenter jusqu'à des valeurs supérieures à 200 mg.L⁻¹ à même d'indiquer un foisonnement filamenteux. Considérant que la valeur rHa = 10 Pa.s⁻¹.mL⁻¹ indique une teneur élevée en filaments, le suivi de ces deux paramètres permet de conclure que la détection de la prolifération filamenteuse est plus précoce avec le paramètre rHa qu'avec le paramètre SVI.

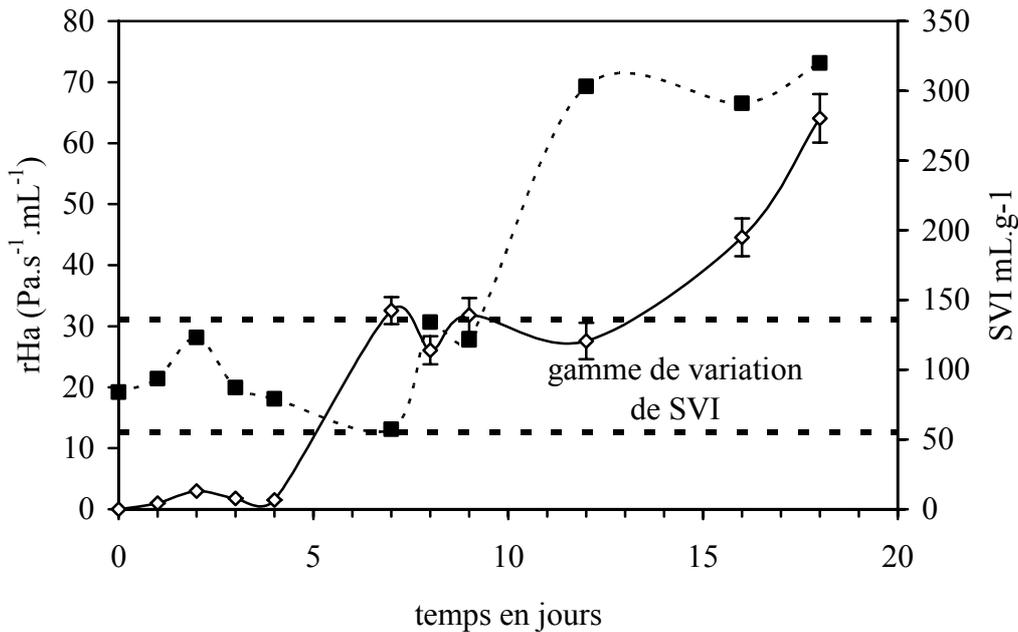


Figure 49. : Evolution de rHa (\diamond) et de SVI (\blacksquare) pour l'échantillon A_{F5} lors du développement d'un bulking filamenteux.

Le suivi conjoint de ces deux paramètres a été mené sur 5 autres échantillons de boues développant un bulking filamenteux, les résultats sont consignés dans le tableau 12.

Tableau 13 : Comparaison entre la sensibilité de r_{Ha} et de SVI pour la détection de bulking filamenteux.

Echantillon	$j_{r_{Ha} > 10}$ (jour à partir duquel $r_{Ha} > 10$)	Gamme de variation de SVI (mL.g ⁻¹) avant bulking	Gamme de variation de SVI (mL.g ⁻¹) pendant le bulking	Détection du bulking avec SVI (nombre de jours au-delà de $j_{r_{Ha} > 10}$)
A _{F5}	8	80-130	130-225	+3
B _{F5}	4	60-130	160-225	+5
C _{F2}	7	220-300	150-260	non détectable avec SVI
D _{F2}	4	30-60	30-60	non détectable avec SVI
E _{F1}	3	140-170	90-140	non détectable avec SVI
F _{F1}	6	140-170	40-70	non détectable avec SVI

La seconde colonne indique le jour à partir duquel la valeur de r_{Ha} devient supérieure à 10 Pa.s⁻¹.mL⁻¹, valeur au-delà de laquelle on considère que l'on est en présence d'un foisonnement filamenteux. Les troisième et quatrième colonnes indiquent respectivement les gammes de variation du paramètre SVI avant et après la détection de la dégradation de la décantabilité qui peut être assimilée à la détection du phénomène de bulking. La dernière colonne établit une comparaison de la possibilité de détection du bulking en utilisant la variation de SVI par rapport celle de r_{Ha} au cours du suivi.

Il apparaît que le suivi de la dégradation du SVI permet la détection du bulking seulement dans deux cas, respectivement avec 3 et 5 jours de retard par rapport à r_{Ha} pour les échantillons A_{F5} et B_{F5}. Pour les autres échantillons, le suivi du SVI ne permet pas de détecter l'apparition du bulking, du fait de sa très faible amplitude de variation avant et pendant le développement du bulking.

III.3 Comparaison r_{Ha} -Fo

La figure 50 présente l'évolution conjointe des paramètres r_{Ha} et flux de sédimentation (Fo) au cours de l'évolution du même bulking que celui présenté figure 51 (échantillon A_{F5}). La variation de r_{Ha} au fur et à mesure du développement du foisonnement filamenteux demeure bien évidemment identique. Une diminution significative de Fo, à même d'indiquer

la prolifération de filaments, intervient à partir du neuvième jour, c'est-à-dire avec un jour de retard par rapport au paramètre rHa.

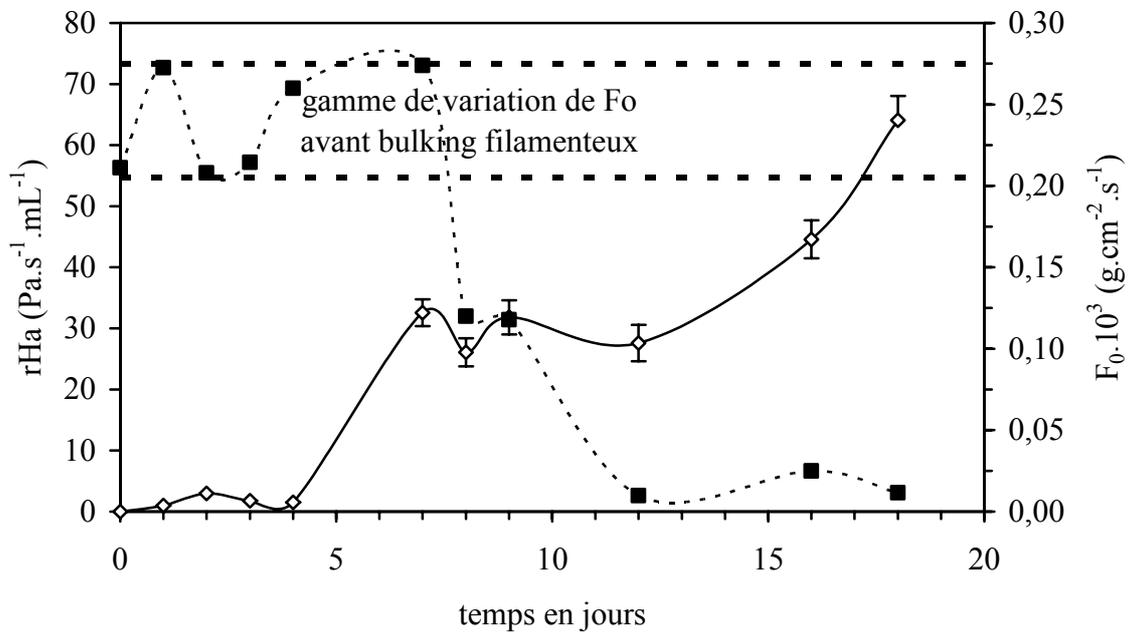


Figure 50 : Evolution de rHa (◇) et de Fo (■) pour la boue A_{F5} .

Les résultats obtenus pour les 5 autres suivis du développement filamenteux sont consignés dans le tableau 12.

Tableau 14 : Comparaison entre la sensibilité de rHa et de Fo pour la détection de bulkings filamenteux.

Echantillon	$j_{rHa} > 10$ (jour à partir duquel rHa > 10)	Gamme de variation pour Fo avant bulking ($g \cdot cm^{-2} \cdot s^{-1} \cdot 10^3$)	Gamme de variation pour Fo pendant le bulking ($g \cdot cm^{-2} \cdot s^{-1} \cdot 10^3$)	Détection du bulking avec Fo (nombre de jours au-delà de $j_{rHa} > 10$)
A_{F5}	8	0,21-0,28	0,12-0,05	+1
B_{F5}	4	0,12-0,20	0,12-0,03	+0
C_{F2}	7	0,05-0,07	0,05-0,04	+3
D_{F2}	4	0,05-0,40	0,40-0,04	Non détectable avec Fo
E_{F1}	3	0,15-0,25	0,15-0,03	+1
F_{F1}	6	0,10-0,15	0,10-0,32	Non détectable avec Fo

L'étude de la dégradation de la décantabilité de la boue, se traduisant par une diminution de F_0 échoue par deux fois à détecter l'apparition d'un bulking filamenteux (échantillons D_{F2} et F_{F1}), du fait d'une amplitude de variation très faible de F_0 avant et au moment du développement du bulking. Pour quatre échantillons, la forte dégradation de F_0 permet de détecter l'apparition d'un bulking filamenteux, en même temps que le paramètre rHa pour l'échantillon B_{F5} , avec un jour de retard pour les échantillons A_{F5} et E_{F1} et trois jours après pour l'échantillon C_{F2} .

III.4 Conclusions sur la comparaison rHa - SVI/F_0

L'amplitude de variation du paramètre rHa , d'une valeur quasiment nulle à une valeur supérieure à $10 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mL}^{-1}$ semble constituer un paramètre pertinent de détection de l'apparition des bulkings filamenteux, en comparaison de la variation de SVI et de F_0 . L'amplitude de variation de ces derniers paramètres étant plus restreinte que celle de rHa au moment de la prolifération filamenteuse, ce qui rend la détection d'un tel dysfonctionnement plus difficile. De plus, pour des boues ayant à l'origine une faible aptitude à la décantation, ce type de mesure s'avère inefficace à détecter les bulkings filamenteux puisqu'avec ces deux paramètres, la détection de prolifération filamenteuse est basée sur la dégradation de la capacité de sédimentation de la boue. Ceci est illustré par les échantillons D_{F2} et F_{F1} pour lesquels F_0 et SVI ne permettent pas de détecter la prolifération filamenteuse.

Le paramètre rHa se révèle donc être un outil très spécifique de la détection de bulkings filamenteux et très sensible à la variation de la teneur en filaments des échantillons de boues.

IV Détermination de rHa pour la prévision des propriétés de décantation des boues activées.

L'objet de cette section est d'étudier, dans le cas de présence de foisonnement filamenteux dans une boue activée, l'aptitude du paramètre rhéologique rHa en vue de la prédiction des propriétés de décantation des boues. On souhaite essayer de déterminer une valeur seuil de rHa qui puisse être considérée comme une valeur limite au-delà de laquelle la vitesse de sédimentation de la boue ne pourra pas satisfaire à une séparation correcte entre la boue et l'eau épurée. Il est souhaitable que cette mesure revête un caractère pratique en conditions réelles d'exploitation de STEP. Pour ce faire, on se propose d'étudier, pour divers bulkings filamenteux provenant de plusieurs échantillons de boues différents, l'évolution du paramètre

ZSV en fonction de rHa et de discuter de la pertinence de leur détermination indépendamment des MES de la boue.

IV.1 Présentation de l'évolution de deux bulkings à travers l'évolution de rHa.

La figure 51 présente l'évolution de rHa pour deux échantillons de boues notés A_{F6} et B_{F6} .

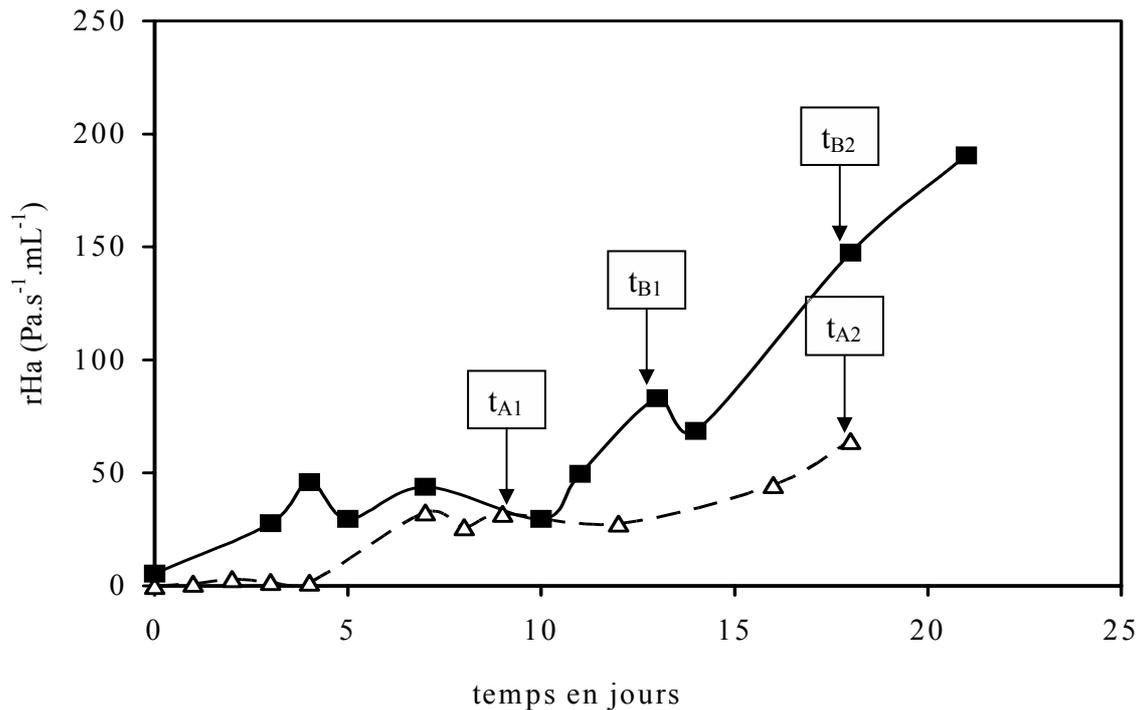


Figure 51 : Evolution rHa avec le temps pour les 2 bulkings issus de boues différentes A_{F6} (Δ) et B_{F6} (\blacksquare).

La variation de rHa témoigne de l'évolution de la croissance filamentueuse au sein de la biocénose des boues activées. Les annotations t_{A1} , t_{A2} , t_{B1} et t_{B2} ajoutées sur le graphique correspondent à différents stades d'évolution du bulking pour les deux échantillons. Les comportements de ZSV en fonction de rHa et des MES aux deux stades de développement filamentueux pour un même échantillon (t_{A1} , t_{A2} et t_{B1} , t_{B2}) vont être présentés dans la partie qui suit. Les différentes valeurs présentées sont obtenues en faisant varier les MES des échantillons de boue soit en les diluant avec du surnageant, soit en les concentrant dans une phase sédimentée.

IV.2 Evolution de ZSV en fonction de rHa et de la MES.

IV.2.1 Echantillon A_{F6} .

La figure 52 présente l'évolution de ZSV en fonction de rHa pour l'échantillon A_{F6} à deux stades d'évolution différents du bulking.

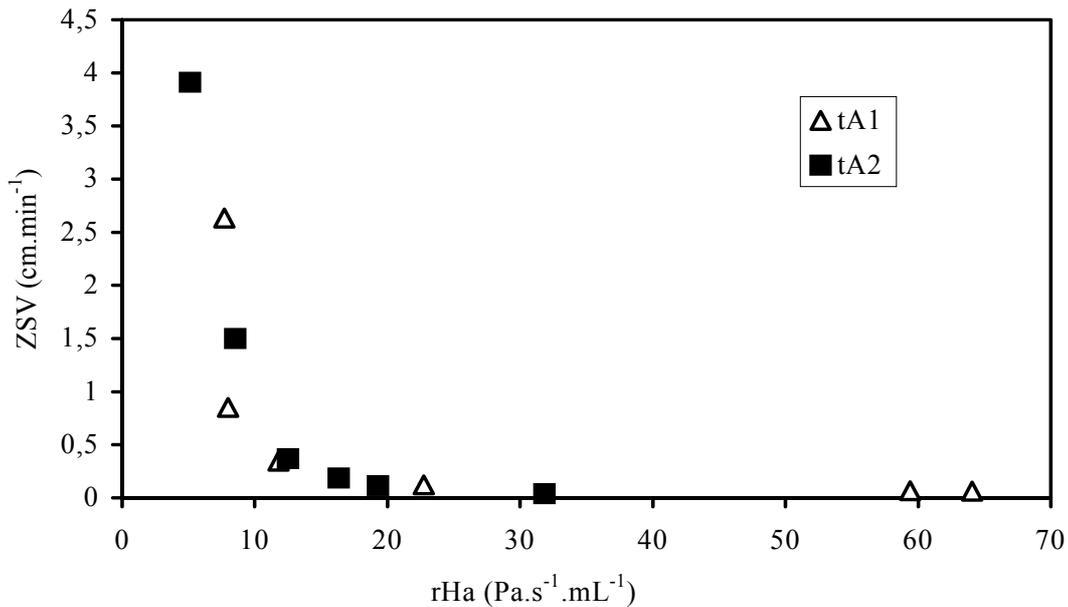


Figure 52 : Evolution de ZSV en fonction de rHa pour un gradient de concentration de l'échantillon de boue A_{F6} , pour des prélèvements réalisés à t_{A1} et t_{A2} .

La décroissance de ZSV est très marquée avec l'augmentation de rHa, ainsi, pour des valeurs de $rHa > 20 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mL}^{-1}$, la vitesse de sédimentation devient extrêmement faible, voire nulle. En deçà de cette valeur, ZSV décroît de façon exponentielle avec l'augmentation de rHa. De fortes vitesses de sédimentation sont enregistrées pour des valeurs de $rHa < 10 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mL}^{-1}$.

Les courbes sont superposées pour les deux échantillons, indépendamment du jour de prélèvement et donc du degré de foisonnement filamenteux.

Pour chaque mesure de rHa et de ZSV, il a été procédé à la détermination conjointe de la MES, les résultats de l'évolution de ZSV en fonction des MES pour l'échantillon A_{F6} est présenté dans la figure 53.

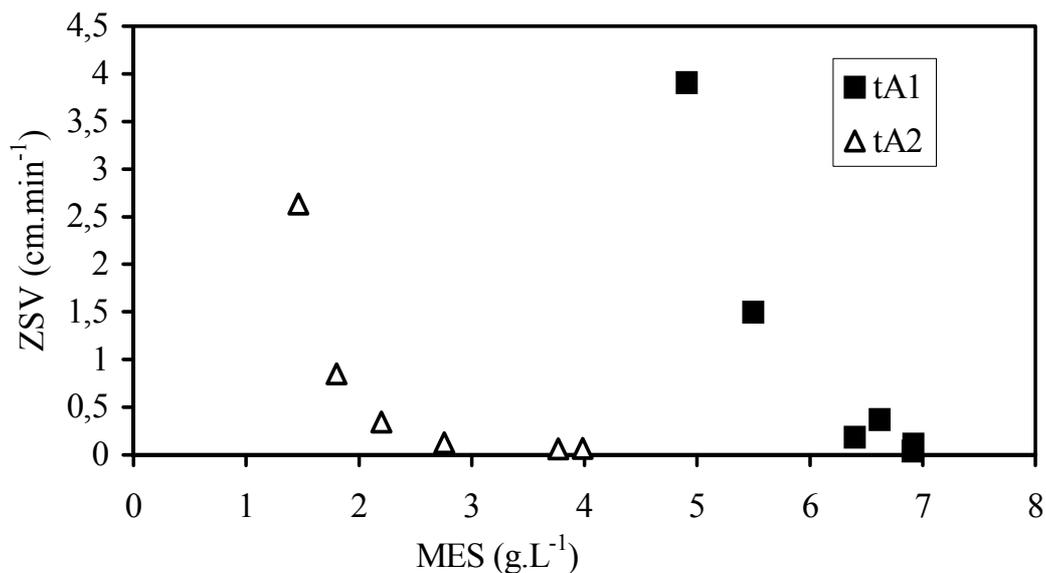


Figure 53 : Evolution de ZSV en fonction de la MES pour l'échantillon de boue A_{F6} , pour des prélèvements réalisés à t_{A1} et t_{A2} .

La vitesse de sédimentation décroît de manière exponentielle avec l'augmentation de la MES pour les deux échantillons de boue. Toutefois, la non superposition des courbes pour les deux échantillons t_{A1} et t_{A2} laisse apparaître une très forte disparité de l'aptitude à la sédimentation de la boue selon la date de prélèvement de l'échantillon. Alors que l'échantillon t_{A1} décante bien, y compris pour de fortes teneurs en MES (5 g.L⁻¹), l'échantillon t_{A2} présente une décantabilité médiocre, dès des teneurs en MES de l'ordre de 2,5 g.L⁻¹.

IV.2.2 Echantillon B_{F6} .

La figure 54 présente l'évolution de ZSV en fonction de rHa pour la boue B_{F6} , à deux stades différents d'évolution du bulking et la figure 55 présente l'évolution de ZSV en fonction des MES pour le même échantillon.

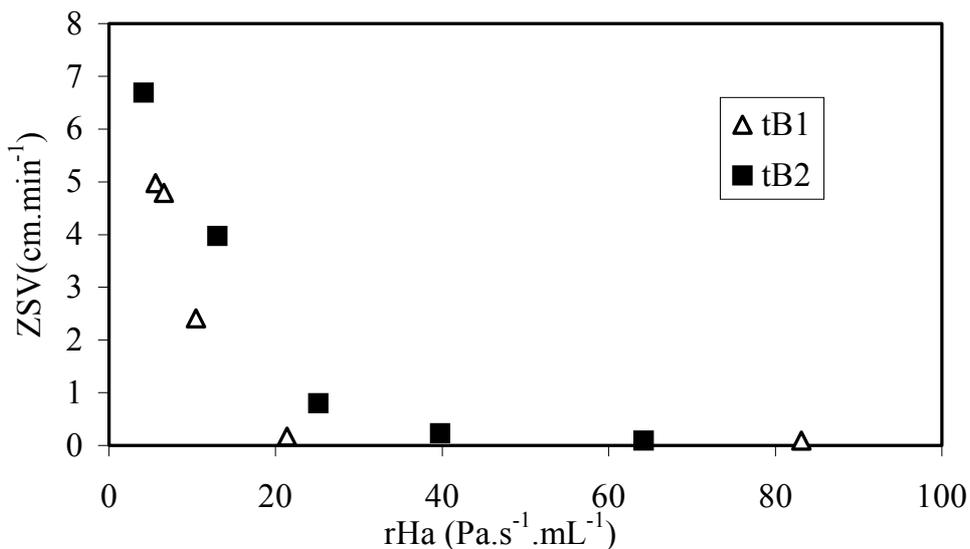


Figure 54 : Evolution de ZSV en fonction de rHa pour un gradient de concentration de l'échantillon de boue B_{F6} , pour des prélèvements réalisés à t_{B1} et t_{B2} .

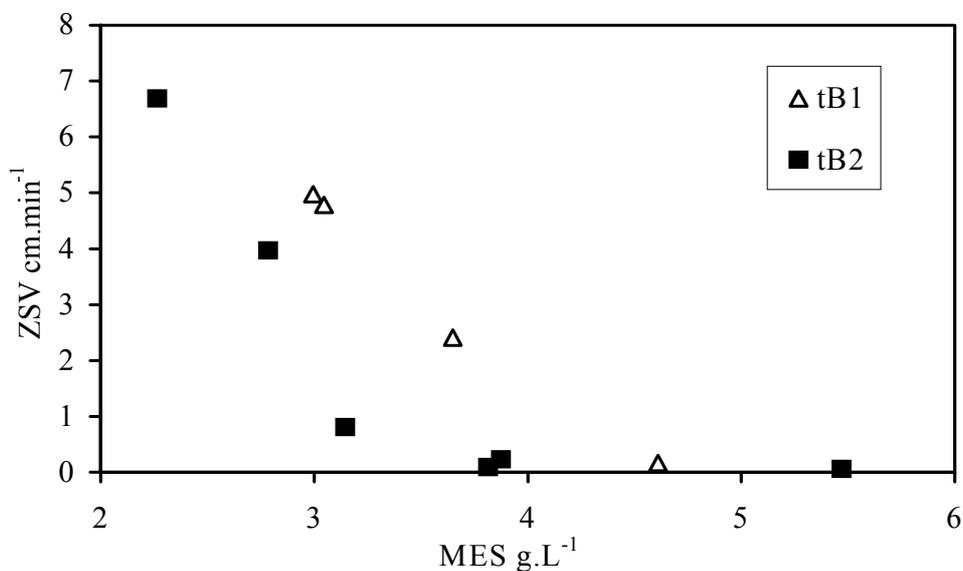


Figure 55 : Evolution de ZSV en fonction de la MES pour l'échantillon de boue B_{F6} , pour des prélèvements réalisés à t_{B1} et t_{B2} .

Comme pour l'échantillon A_{F6} , pour des valeurs $rHa > 20 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$, la décantabilité de la boue s'avère faible. Pour des valeurs comprises entre 10 et $20 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$, la décantabilité des échantillons demeure bonne. L'évolution de la décroissance de rHa avec ZSV est

quasiment identique pour les deux échantillons t_{B1} et t_{B2} , les courbes de décroissance sont en effet très proches l'une de l'autre.

La vitesse de sédimentation de l'échantillon B_{F6} , à MES identique, varie selon le jour de prélèvement et donc selon l'intensité du foisonnement filamenteux mais de manière moins marquée que pour l'échantillon A_{F6} (figure 53).

IV.2.3 Discussion.

Ces résultats montrent qu'en présence d'un bulking filamenteux, la nature du foisonnement influe considérablement sur la valeur de la vitesse de sédimentation de la boue. Ainsi, à MES identique, selon la nature et l'intensité du bulking, la vitesse de sédimentation peut varier dans de fortes proportions comme signifié par les résultats de la figure 53 et dans une moindre mesure par ceux de la figure 55. La variation de ZSV avec rHa pour un même échantillon de boue à des stades d'évolution différent de bulking est par contre similaire, ce qui permet d'envisager l'utilisation de rHa comme indicateur prévisionnel potentiel de l'aptitude à décanter de boues présentant un foisonnement filamenteux et ce, indépendamment de la teneur en MES de la boue. Ainsi, pour des valeurs de $rHa > 20 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$, la décantabilité des boues enregistrée est très faible pour les échantillons testés. Pour $rHa < 10 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$, les échantillons se sont révélés présenter une bonne décantabilité. Pour des valeurs intermédiaires, il est plus délicat de tirer des conclusions, du fait de la dépendance de ZSV avec la nature du foisonnement filamenteux, les résultats enregistrés pour ces deux bulkings étant partagés entre des boues décantant relativement bien (échantillon B_{F6}) et des boues à la décantabilité plus médiocre (échantillon A_{F6}).

IV.3 Evolution de rHa avec ZSV pour six boues d'origine différentes.

Pour confirmer les résultats précédents concernant l'utilisation potentielle d'une valeur seuil de rHa comme indicateur prévisionnel d'aptitude à la sédimentation de la boue, il nous est apparu utile de mener une étude sur un nombre plus important de boues, afin de tester si la différence d'origine de la boue n'entraîne pas une trop forte disparité de valeur seuil pour rHa. Pour ce faire, les valeurs de ZSV en fonction de rHa obtenues lors du suivi de 6 bulkings ont été reportées figure 56. Une asymptote horizontale correspondant à une valeur de $ZSV = 0,2 \text{ cm.min}^{-1}$ est reportée, cette valeur est citée par Wanner (1994) comme étant une vitesse de sédimentation en dessous de laquelle se trouvent généralement les vitesses de sédimentation

des boues filamenteuses de concentrations 3-5 g.L⁻¹ (vitesse faible en conditions réelles d'exploitation mais il faut tenir compte du fait que la mesure est réalisée dans une éprouvette de 2 litres où des effets de parois importants peuvent intervenir) et deux asymptotes verticales (rHa = 10 Pa.s⁻¹.mL⁻¹ et rHa = 20 Pa.s⁻¹.mL⁻¹) ont été reportées sur la figure 56. L'analyse de la répartition des points dans les différentes zones, 6 au total selon les différentes asymptotes, permet de discuter de la notion de valeur seuil pour rHa précédemment évoquée.

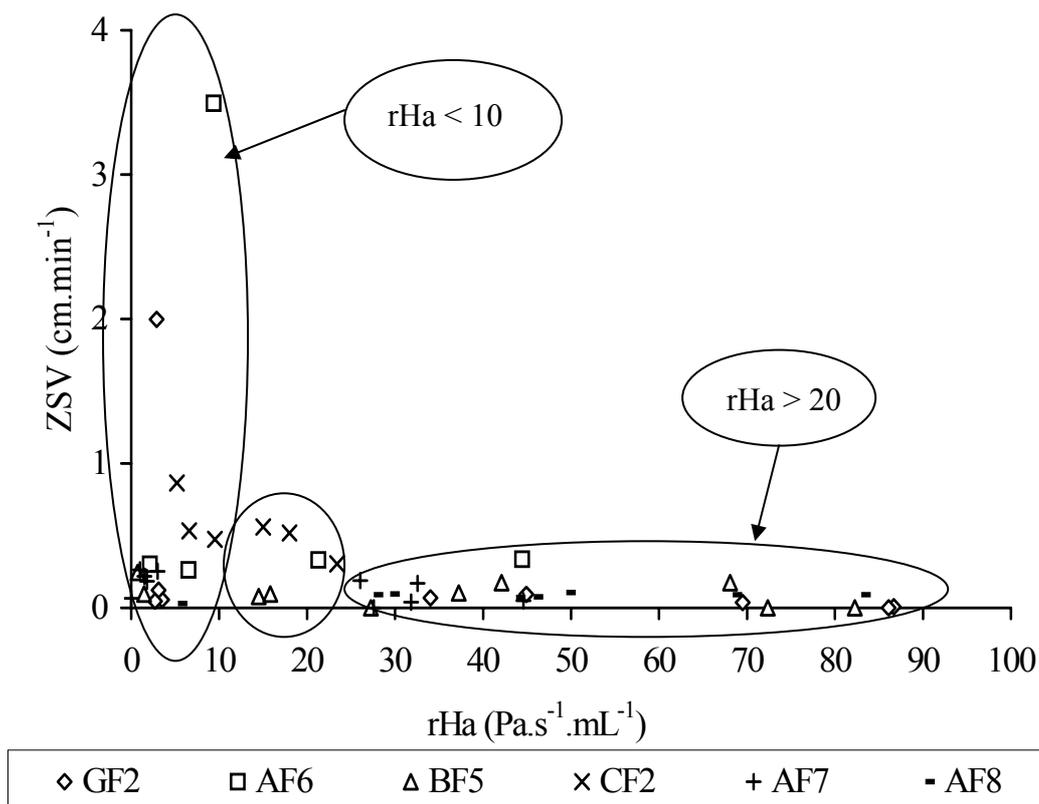


Figure 56 : Variation de rHa en fonction de ZSV pour différents échantillons de boues lors du suivi de l'évolution de six foisonnements filamenteux différents.

Pour des valeurs rHa > 20 Pa.s⁻¹.mL⁻¹, la majorité des échantillons de boues présente une décantabilité très faible. Pour des valeurs de rHa comprises entre 10 et 20 Pa.s⁻¹.mL⁻¹, les vitesses de sédimentation obtenues demeurent assez faibles. Enfin pour les échantillons de boues présentant une valeur rHa < 10 Pa.s⁻¹.mL⁻¹, les valeurs des vitesses de sédimentation relevées sont pour certaines assez élevées. Il ressort de cette étude que les boues excessivement filamenteuses (i.e. rHa > 20 Pa.s⁻¹.mL⁻¹) présentent toujours une très faible aptitude à la sédimentation. Pour des valeurs comprises entre 10 et 20 Pa.s⁻¹.mL⁻¹, c'est-à-dire

pour des boues commençant à présenter un bulking filamenteux important, la valeur de ZSV est variable de très faible à moyenne selon l'échantillon considéré. Pour des valeurs $rHa < 10 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mL}^{-1}$, ZSV se révèle plus pertinent dans l'étude de la qualité de la boue, la mesure du paramètre rHa permet seulement d'indiquer l'absence de foisonnement filamenteux comme cause possible de la faible décantabilité des échantillons de boues.

V Conclusions sur l'utilisation de rHa .

Le suivi de rHa au cours du développement de foisonnements de bactéries filamenteuses permet clairement de distinguer les différentes phases de leur évolution : apparition, croissance, phase de stabilisation et décroissance. Le paramètre rHa passe d'une valeur proche de 0 à des valeurs très supérieures en présence de bulking, ce qui peut faire de mesures rhéologiques, un outil appréciable en vue de la détection de foisonnements filamenteux en boues activées. Le paramètre rHa , bien que fortement dépendant de la teneur en matière sèche des échantillons, ne nécessite pas forcément la détermination des MES pour pouvoir fournir des indications utiles quant à la qualité de la boue. Ainsi, une valeur de $rHa = 10 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mL}^{-1}$ est proposée comme indicateur de présence d'un foisonnement filamenteux et ce, indépendamment des MES de l'échantillon. Il a été montré que de fortes valeurs de rHa pouvaient être obtenues même pour des échantillons de faibles teneurs en MES ($< 2,5 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$). Des essais de quantification des filaments selon la méthode d'Eikelboom ont montré une corrélation certaine entre l'évolution du paramètre rHa et celle de la quantité de filaments contenue dans les échantillons décrite selon l'échelle d'Eikelboom. De même, une corrélation linéaire entre la teneur en sucres des floes de boues et rHa a été déterminée lors de phases de croissance filamenteuse importantes.

Le suivi de l'évolution conjointe de rHa et d'indices usuels servant à décrire l'aptitude à la décantation des boues (SVI et Fo) a montré que le paramètre rHa , de par sa forte amplitude de variation au moment de l'apparition du bulking, se révélait être un outil de détection plus rapide et plus spécifique des foisonnements filamenteux que ne le sont les paramètres SVI et Fo . En effet, la dégradation de ces derniers peut n'être que progressive au moment de l'apparition du foisonnement filamenteux et nécessiter de fait un délai supplémentaire par rapport à rHa pour la détection du bulking. De plus, pour une boue non filamenteuse mais ayant tout de même une mauvaise aptitude à la décantation, la détection de foisonnement filamenteux est rendue d'autant plus difficile avec SVI et Fo .

L'étude concernant l'utilisation de rHa comme indicateur de la prévision de la vitesse de sédimentation des boues (ZSV), menée sur six boues différentes, a montré que lors d'intenses épisodes de foisonnements filamenteux ($rHa > 20 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$), ZSV présente pour tous les échantillons des valeurs très faibles. Pour des valeurs de rHa comprises entre $10 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$ et $20 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$, les échantillons sont équitablement répartis entre des boues présentant soit une vitesse de sédimentation très faible, soit une vitesse de sédimentation moyenne. Pour les valeurs de $rHa < 10 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$, rHa se révèle inefficace pour estimer la vitesse de sédimentation exprimée par le paramètre ZSV à laquelle on peut s'attendre pour la boue du fait que si elle possède une mauvaise décantabilité, c'est pour une raison autre que la présence de bactéries filamenteuses en excès.

La spécificité de rHa pour détecter la présence de foisonnements filamenteux et sa possible utilisation même pour des échantillons de faibles teneurs en MES en font un outil intéressant de description de la qualité de la boue en conditions réelles de fonctionnement de bassins d'aération de boues activées. Pour exemples, les valeurs de rHa obtenues lors d'épisodes de bulkings filamenteux "naturels" ont été mesurées par deux fois lors d'échantillonnages sur des bassins de stations d'épuration de type boues activées en fonctionnement, elles s'élevaient à $25,4 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$ (STEP C, MES 6 g.L^{-1}) et $35,8 \text{ Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$ (STEP B, MES $5,7 \text{ g.L}^{-1}$).

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

La détermination des caractéristiques physiques des floccs de boues activées revêt une grande importance dans la mesure où l'efficacité de la séparation entre la phase liquide et la phase solide en dépend fortement. Le phénomène de floculation résulte d'interactions physico-chimiques complexes et de nature variée entre les différents constituants des floccs qui en font un mécanisme difficile à modéliser. La description de l'état de floculation passe donc parfois par des considérations de paramètres indicateurs de la qualité de la boue, témoignant indirectement de l'état de floculation. Parmi ceux-ci, se trouve la rhéologie. Les propriétés rhéologiques des boues sont parfois employées pour déterminer la consistance de boues pâteuses ou bien fortement concentrées afin d'optimiser leur stockage ou leur épandage. Une autre application de ces mesures consiste en l'asservissement du dosage de polymères flocculants à une valeur de contrainte de cisaillement.

L'objet de cette étude était d'évaluer la faisabilité de l'utilisation de paramètres rhéologiques en conduite de bassin d'aération de boues activées, c'est-à-dire pour des boues dont la teneur en MES demeure assez faible.

La première partie de l'étude a permis de présenter les principales caractéristiques rhéologiques d'échantillons de boues activées dont les teneurs en MES demeurent représentatives de celles présentes en bassins d'aération. Les mesures sont réalisées à l'aide d'un viscosimètre rotatif cylindrique, la géométrie de la cellule de mesure (double Couette) permet d'atteindre une sensibilité dans la détermination de la viscosité de 0,1 mPa.s, précision s'avérant indispensable dans la gamme de viscosité explorée. Les mesures sont réalisées en cisaillement simple, soit en imposant à l'échantillon une variation linéaire de la vitesse de cisaillement soit en lui imposant une vitesse de cisaillement constante.

Les rhéogrammes résultant d'une montée linéaire en vitesse de cisaillement obtenus pour des boues saines laissent apparaître deux zones distinctes : la première pour les plus faibles valeurs de vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma} < 300 \text{ s}^{-1}$) pour laquelle le comportement de la boue est considéré comme rhéofluidifiant, la seconde pour les valeurs supérieures à $\dot{\gamma} = 300 \text{ s}^{-1}$ pour laquelle le comportement est pseudo-newtonien. De ce type de mesure, le paramètre viscosité limite (μ_{∞}) et contrainte de cisaillement limite (τ_{∞}) sont extraits comme paramètres rhéologiques caractéristiques de la boue. Le paramètre μ_{∞} correspond à la valeur de la viscosité apparente de la boue pour les plus fortes valeurs de vitesse de cisaillement. L'interprétation du paramètre τ_{∞} est plus délicate, sa relation avec l'existence d'une valeur seuil d'écoulement de la boue pour les plus faibles valeurs de MES est peu évidente, cette

valeur doit plutôt être interprétée comme étant proportionnelle à la force nécessaire à la dispersion des floccs, son existence est relative à l'effet de fluidification des boues.

Le second mode de détermination de la viscosité de la boue consiste à imposer à un échantillon une vitesse de cisaillement constante pendant une durée suffisante à l'obtention d'une valeur stable, la valeur de la viscosité de la boue alors obtenue étant la viscosité à l'équilibre (μ_{eq}).

Les valeurs de viscosité obtenues selon ces deux protocoles peuvent être considérées comme celles résultant d'une dispersion maximale des floccs de boues. En tant que telles, elles peuvent donc être considérées comme caractéristiques d'un état de floculation initial et donc rendre compte de leurs caractéristiques rhéologiques.

Le singularisme des rhéogrammes de boues présentant un foisonnement filamenteux a été mis en avant par des mesures rhéologiques, le protocole de mesure a dû être adapté pour déterminer un paramètre permettant la détection et la quantification de bulkings filamenteux. Le paramètre rHa est utilisé à cet effet, il a été établi que le comportement rhéologique particulier de boues filamenteuses résultait d'une résistance à l'écoulement initiée par l'organisation spatiale des filaments jusqu'à ce qu'une puissance suffisante soit communiquée à l'échantillon pour rompre cette organisation.

La teneur en MES a été confirmée comme un facteur influençant très fortement la valeur des paramètres rhéologiques, des relations exponentielles étant utilisées pour décrire l'évolution de rHa et de μ_{∞} avec l'augmentation de la MES.

La seconde partie de l'étude a permis de mettre en avant l'importance de la nature des interactions entre floccs dans la détermination de leurs caractéristiques rhéologiques. Ainsi, le paramètre μ_{eq} s'est révélé être sensible à des variations de pH et de force ionique du milieu. L'augmentation du pH génère une augmentation concomitante de μ_{eq} alors que celle de la force ionique entraîne sa diminution.

Les hypothèses avancées pour expliquer ce comportement sont liées à des modifications dans la nature des interactions entre floccs ainsi qu'à des phénomènes de compression de ces derniers selon la composition du milieu environnant.

Ainsi, l'importance de la charge de surface portée par les floccs est bien mise en évidence lors des expériences consistant à faire varier le pH de la boue sur une large gamme. L'augmentation du pH entraîne une augmentation de la charge de surface négative (quantifiée par la détermination du potentiel zéta) portée par les particules constitutives des floccs et mène ainsi à un accroissement des répulsions entre floccs entravant l'écoulement et favorisant donc

l'augmentation de μ_{eq} . Des phénomènes d'expansion de la matrice floculée pour les plus fortes valeurs de pH peuvent de surcroît contribuer à cette augmentation.

L'augmentation de la force ionique du milieu, de par des phénomènes de compression des floccs ainsi que par un abaissement de la charge de surface conduit à faciliter l'écoulement et à diminuer la valeur de μ_{eq} . L'addition de cations monovalents ou divalents n'a par contre pas donné lieu à une distinction possible de leur effet sur la viscosité.

La troisième partie de l'étude s'est attachée à évaluer la sensibilité des mesures rhéologiques à des modifications de structure des floccs de boues activées. La chloration des boues induit une diminution des paramètres rhéologiques rHa et μ_{eq} du fait de la fragilisation des floccs de boues, qui, une fois soumis à vitesse de cisaillement, peuvent fournir soit des entités plus petites dans le cas des boues saines, soit une structure filamenteuse beaucoup moins résistante à l'écoulement dans le cas des boues filamenteuses, ce qui dans les deux cas facilite l'écoulement.

L'ajout de métaux lourds n'a par contre pas donné lieu à un comportement rhéologique particulier en comparaison à celui engendré par l'ajout de cations divalents comme le calcium, l'effet de la force ionique semblant prendre le pas ou bien être d'intensité semblable à celui de la déstructuration engendrée par les métaux lourds sur les floccs de boues.

Enfin, l'ajout d'EDTA a permis de mettre en évidence une légère diminution de la viscosité, sans pour autant autoriser des conclusions quant à son éventuel effet défloculant lié à des chélation de cations pontants car cette adjonction à la boue génère aussi une variation de la répartition des charges de surface qui peut avoir un effet identique à celui qu'aurait une défloculation liée à la présence même de l'EDTA.

La quatrième partie a permis d'explorer la potentialité de l'usage du paramètre rHa en tant qu'indicateur de prolifération filamenteuse en bassins d'aération de boues activées.

Le suivi de ce paramètre lors du développement de plusieurs foisonnements filamenteux montre sa corrélation avec la teneur en filaments. La forte amplitude de variation de ce paramètre au moment de l'apparition du foisonnement filamenteux en fait un outil pertinent de détection des bulkings filamenteux, la comparaison réalisée avec le suivi des indices de décantation ayant de surcroît montré sa plus faible inertie vis-à-vis de la détection des modifications de l'état de floculation. Une valeur $rHa = 10 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mL}^{-1}$ a été proposée comme valeur indicative au-delà de laquelle on peut considérer que le foisonnement filamenteux

devient important et à même de créer des problèmes sérieux de fonctionnement des unités de traitement.

L'usage de mesures rhéologiques en vue du suivi de la qualité de boues activées issues de bassins d'aération semble donc pouvoir fournir des éléments d'interprétation intéressants quant à l'évaluation de l'état de floculation des boues. Ceci est particulièrement vrai dans le cas des boues filamenteuses du fait de la singularité du comportement rhéologique alors enregistré. La sensibilité de la rhéologie à des modifications de structure plus fines s'exprime aussi à travers des variations systématiques de viscosité suite à des changements de conditions environnementales (pH, force ionique) ou suite à l'ajout d'agents défloculants ou bien même pour des boues de compositions proches, issues d'une même filière de traitement mais d'origine variable donc présentant un état de floculation différant sensiblement.

En perspectives, en complément de mesures rhéologiques, il pourrait être intéressant d'évaluer l'évolution de la granulométrie des floccs, pour évaluer d'une part, l'impact de l'application du protocole de mesure sur la taille des floccs, d'autre part, l'influence des variations de pH ou de force ionique puisque la variation de la taille des floccs ou de la densité qui en résulte semble être en partie à l'origine de la modification du comportement rhéologique.

L'extension de l'étude à d'autres types de boues issues de diverses filières de traitement (SBR, UASB) pourrait également s'avérer intéressante et fournir des éléments d'interprétation quant aux liens existant entre des structures de floccs variées et leurs caractéristiques rhéologiques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Abu-Orf M.M., Dentel S.K.** (1999) Rheology as tool for polymer dose assessment and control. *J. Env. Engrg.* **125**, 12, 1133-1141.
- Adler P.M.** (1981) Heterocoagulation in shear flow. *J. Coll. Interface Sci.*, **83**, 106-115.
- AFNOR**, 1997. NF T 90-105-2. *Qualité de l'eau*, tome 2, 2^{ème} édition.
- Andreadakis A.D.** (1993) Physical and chemical properties of activated sludge flocs. *Water Res.*, **27**, 12, 1707-1714.
- Bache, D. H., Papavasiliopoulos, E. N.**, 2000. Viscous behaviour of sludge centrate in response to polymer conditioning. *Water Res.*, **34**, 1, 354-358.
- Barbusinski K., Koscielniak H.** (1995) Influence of substrate loading intensity on floc size in activated sludge process. *Water Res.*, **29**, 7, 1703-1710.
- Barbusinski, K., Koscielniak, H.** (1997) Activated sludge floc structure during aerobic digestion. *Water Sci. Technol.*, **36**, 11, 107-114.
- Battistoni P.** (1997) Pre-treatment, measurement execution procedure and waste characteristics in the rheology of sewage sludges and the digested organic fraction of municipal solid wastes. *Water Sci. Technol.*, **36**, 11, 33-41.
- Baudez J.C., Coussot P., Thirion F.** (1998) Rhéologie des boues de stations d'épuration : études préliminaires pour la maîtrise des stockages et épandages. *Ingénieries EAT*, n° 15.
- Baudez J.C.** (2001) Rhéologie et physico-chimie des boues résiduares pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. *Doctorat de l'ENGREF*, Paris.
- Behn V.C.** (1962) Experimental determination of sludge flow parameters. *J. Sanitary Engrg. Div. SA3*, 39-54.
- Bellouti M., Alves M.M., Novais J.M., Mota M.** (1997) Flocs vs granules: differentiation by fractal dimension. *Water Res.*, **31**, 5, 1227-1231.
- Biggs C.A., Lant P.A.** (2000) Activated sludge flocculation: on-line determination of floc size and the effect of shear. *Water Res.*, **34**, 9, 2542-2550.

- Bruus J.H., Nielsen P.H., Keiding K.** (1992) On the stability of activated sludge flocs with implications to dewatering. *Water Res.*, **26**, 12, 1597-1604.
- Bye C.M., Dold P.L.** (1998) Sludge volume index settleability measures: effect of solids characteristics and test parameters. *Water Env. Res.*, **70**, 1, 87-93.
- Campbell H.W., Crescuolo P.J.** (1989) Control of polymer addition for sludge conditioning: a demonstration study. *Water Sci. Technol.*, **21**, 1309-1317.
- Caravelli A., Contreras E. M., Giannuzi L., Zaritzky N.** (2003) Modeling of chlorine effect on floc forming and filamentous micro-organisms of activated sludges. *Water Res.*, in press.
- Cenens C., Smets I.Y., Van Impe J.F.** (2000) Modelling the competition between floc-forming and filamentous bacteria in activated sludge waste water treatment systems_II. A prototype mathematical model based on kinetic selection and filamentous backbone theory. *Water Res.*, **34**, 9, 2535-41.
- Chaignon V., Lartiges B.S., El Samrani A., Mustin C.** (2002) Evolution of size distribution and transfer of mineral particles between flocs in activated sludges: an insight into floc exchange dynamics. *Water Res.*, **36**, 3, 676-684.
- Chavarria F.E.** (1980) Etude rhéologique des suspensions de flocs biologiques. Université du Languedoc, thèse.
- Chen Y., Yang H., Gu G.** (2001) Effect of acid and surfactant treatment on activated sludge dewatering and settling. *Water Res.*, **35**, 11, 2615-2620.
- Chiesa S.C., Irvine R.L.** (1985) Growth and control of filamentous microbes in activated sludge: an integrated hypothesis. *Water Res.*, **19**, 4, 471-479.
- Chipasa K.B.** (2003) Accumulation and fate of selected heavy metals in a biological wastewater treatment system. *Waste management*, **23**, 135-143.

- Christensen J.R., Sorenson P.B., Christensen G.L., Hansen J.A.** (1993) Mechanisms for overdosing in sludge conditioning. *J. Environ. Engrg.*, **119**, 159-171.
- Comas J., Rodriguez-Roda I., Sanchez-Marre M., Cortes U., Freixo A., Arraez J., Poch M.** (2003) A knowledge-based approach to the deflocculation problem: integrating on-line, off-line, and heuristic information. *Water Res.*, **37**, 10, 2377-2387.
- Cousin C.P., Ganczarczyk J.J.** (1999) Effect of calcium ion concentration on the structure of activated sludge flocs. *Environ. Technol.*, **20**, 1129-1138.
- Coussot P.** (1994) Steady, laminar, flow of concentrated mud suspensions in open channel. *J. Hydraulic Research* **32**, 4, 535-559.
- Coussot P., Grossiord J.L.** (2001) Comprendre la rhéologie : de la circulation du sang à la prise du béton. *EDP Sciences*, 221p.
- Coussot P., Ancy C.** (1999) Rhéophysique des pâtes et suspensions. *EDP sciences*.
- Dagot C., Pons M.N., Casellas M., Guibaud G., Dollet P., Baudu M.** (2001) Use of image analysis and rheological studies for the control of settleability of filamentous bacteria: application in SBR reactor. *Water Sci. Technol.*, **43**, 3, 27-33.
- Dammel E.E, Schroeder E.D.** (1991) Density of activated sludge solids. *Water Res.*, **25**, 7, 841-846.
- Dentel S.K.** (1997) Evaluation and role of rheological properties in sludge management. *Water Sci. Technol.*, **36**, 11, 1-8.
- Dentel S.K., Abu-Orf M.M., Walker C.A.** (2000) Optimization of slurry flocculation and dewatering based on electrokinetic and rheological phenomena. *Chemical Engrg. J.*, **80**, 65-72.
- Derjaugin B.W., Landau L.** (1941) Theory of the stability of strongly charged lyophobic sols and of the adhesion of strongly charged particles in solution of electrolytes. *Acta Physiochim. URSS*, **14**, 633-662.

- Dick R.I., Ewing B.B.** (1967) The rheology of activated sludge. *J. WPCF*, **39**, 543-560.
- Dick R.I.** (1970) Role of activated sludge final settling tank. *J. Sanitary Engrg., ASCE*, **96**, 2, 423-436.
- Dollet P.** (2000) Application de mesures rhéologiques à la caractérisation de l'état de flocculation des boues actives. *Doctorat de l'université de Limoges*.
- Dubois M., Gilles K.A., Hamilton J.K., Rebers P.A., Smith F.** (1956) Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analyt. Chem.*, **5**, 271-278.
- Duchène P., Cotteux E.** (1998) La problématique des dysfonctionnements biologiques: bulking et moussage biologique en boues activées. *La tribune de l'eau*, 595/5, 59-66.
- Eikelboom D.H., Van Buijsen M.S.** (1983) *Microscopic sludge investigation manual*. 2nd édition, Delft : TNO Research Institute.
- Erikson L., Alm B.** (1991) Study of flocculation mechanisms by observing effects of a complexing agent on activated sludge properties. *Water Sci. Technol.*, **24**, 21-28.
- Fytianos K., Charantoni E.** (1998) Leaching of heavy metals from municipal sewage sludge. *Environ. International*. **24**, 4, 467-475.
- Forster C.F.** (1968) The surface of activated sludge particles in relation to their settling characteristics. *Water Res.*, **2**, 767-776.
- Forster C.F., Lewin D.C.** (1972) Polymer interactions at activated sludge surfaces. *Effluent and Water Treatment J.* **12**, 520-525.
- Forster C.F.** (1981) Preliminary studies on the relationship between sewage sludge viscosities and the nature of the surfaces of the components particles. *Biotechnol. Letters*. **12**, 707-712.
- Forster C.F.** (1982) Sludge surface and their relation to the rheology of sewage sludge suspensions. *J. Chem. Tech. Biotechnol.* **32**, 799-807.

- Forster C.F.** (1983) Bound water in sewage sludges and its relationship to sludge surfaces and sludge viscosities. *J. Chem. Technol. Biotechnol.* **33B**, 76-84.
- Forster C. F.** (1996) Aspects of the behaviour of filamentous microbes in activated sludge. *J. CIWEM.* **10**, 290-294.
- Forster C.F.** (2002) The rheological and physico-chemical characteristics of sewage sludges. *Enzyme Microbial Technol.* **30**, 340-345.
- Frolund B., Palmgren R., Keiding K., Nielsen P.H.** (1996) Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin. *Water Res.*, **30**, 8, 1749-1758.
- Gasnier L., Florentz M., Soleilhavoup S.** (1986) Utilisation des methods rhéologiques pour le conditionnement des boues de station d'épuration. *TSM*, **1**, 35-43.
- Han M.Y., Lawler D.F.** (1992) The (relative) insignificance of G in flocculation. *J. Am. Water Works Assoc.* **84**, 79-91.
- Haslay C., Leclerc H.** (1993) Microbiologie des eaux d'alimentation. *Lavoisier Ed.*, 496p.
- Higgins M.J., Novak J.T.** (1997) Characterization of exocellular protein and its role in bioflocculation. *J. Environ. Engrg.* **123**, 5, 479-485.
- Honey H.C., Pretorius W.A.** (2000) Laminar flow pipe hydraulics of pseudoplastic-thixotropic sewage sludge. *Water SA*, **26**, 1, 19-25.
- Jackson G.A., Logan B.E., Alldrege A.L., Dam H.G.** (1995) Combining particle size spectra from a mesocosm experiment measured using photographic and aperture impedance (Coulter and Elzone) techniques. *Deep-sea Res.*, **42**, 139-157.
- Jenkins D., Richard M.G., Daigger G.T.** (1986) Manual on the causes and control of activated sludge bulking and foaming. *Water Res. Commision*, Pretoria, 165p.
- Jenkins D.** (1992) Towards a comprehensive model of activated sludge bulking and foaming. *Water Sci. Technol.*, **25**, 6, 215-230.

- Jiang Q., Logan B.E.** (1991) Fractal dimensions of aggregates determined from steady-state size distribution. *Environ. Sci. Technol.*, **25**, 12, 2031-2038
- Jin B., Wilen B.M., Lant P.** (2003) A comprehensive insight into floc characteristics and their impact on compressibility and settleability of activated sludge. *Chemical Engrg. J.*, in press.
- Jing Guan T.D., Waite T.D., Amal R.** (1998) Rapid structure characterization of bacterial aggregates. *Environ. Sci. Technol.*, **32**, 23, 3735-3742.
- Jiwani A., Graham N.J.D, Day M.C.** (1997) Activated sludge process control via particle monitoring. *Water Sci. Technol.*, **36**, 4, 269-277.
- Jorand F., Guicherd P., Urbain V., Block J.C.** (1994) Hydrophobicity of activated sludge flocs and laboratory-growth bacteria. *Water Sci. Technol.*, **30**, 11, 211-218.
- Jorand F., Boué-Bigne F., Block J.C., Urbain V.** (1998) Hydrophobic/hydrophilic properties of activated sludge exopolymeric substances. *Water Sci. Technol.* **37**, 4-5, 307-315.
- Kakii K., Sugahara E., Shirakashi T., Kuriyama M.** (1986) Isolation and characterization of a Ca^{2+} -dependent floc-forming bacterium. *J. fermentation Technol.*, **64**, 1, 57-62.
- Kawase Y., Moo-Young M.** (1991) Oxygen transfer in slurry bioreactors. *Biotechnol. Bioengrg.*, **37**, 960-966.
- Keiding K., Nielsen P.H.** (1997) Desorption of organic macromolecules from activated sludge: effect of ionic composition. *Water Res.*, **31**, 7, 1665-1672.
- Lapidou C.S., Rittmann B.E.** (2002) A unified theory for extracellular polymeric substances, soluble microbial products, and active and inert biomass. *Water Res.*, **36**, 11, 2711-2720.
- Li D.H., Ganczarczyk J.J.** (1987) Stroboscopic determination of settling velocity, size and porosity of activated sludge flocs. *Water Res.*, **21**, 257-262.

- Li D.H., Ganczarczyk J.J.** (1988) Flow through activated sludge flocs. *Water Res.*, **22**, 6, 789-792.
- Li D.H., Ganczarczyk J.J.** (1989) Fractal geometry of particles aggregates generated in water and wastewater treatment process. *Environ. Sci. Technol.*, **23**, 1385-1389.
- Li D.H., Ganczarczyk J.J.** (1990) Structure of activated sludge flocs. *Biotech. Bioengrg.*, **35**, 57-65.
- Li D.H., Ganczarczyk J.J.** (1991) Size distribution of activated sludge flocs. *Res. J. WPCF*, **63**, 5, 806-814.
- Li D.H., Ganczarczyk J.J.** (1993) Factors affecting dispersion of activated sludge flocs. *Water Environ. Res.*, **65**, 3, 258-263.
- Liao B.Q., Allen D.G., Leppard G.G., Droppo I.G., Liss S.N.** (2001) Surface properties of sludge and their role in bioflocculation and settleability. *Water Res.*, **35**, 2, 339-350.
- Liao B.Q., Allen D. G., Leppard G. G., Droppo I.G., Liss S.N.** (2002) Interparticle interactions affecting the stability of sludge flocs. *J. Colloid Interf. Sci.*, **249**, 372-380.
- Lee C.H., Liu J.C.** (2001) Sludge dewaterability and floc structure in dual polymer conditioning. *Advances in Environ. Res.*, **5**, 129-136.
- Logan B.E., Wilkinson D.B.** (1991) Fractal dimensions and porosities of *Zooglea Ramigera* and *Saccharomyces cerivisiae* aggregates. *Biotechnol. Bioengrg.*, **38**, 389-396.
- Lotito V., Spinosa L., Mininni G., Antonaci R.** (1997) The rheology of sewage sludge at different steps of treatment. *Water Sci. Technol.*, **36**, 11, 79-85.
- Lotito V., Spinosa L.** (2003) A simple method for evaluating sludge yield stress. *Advances Environ. Res.*, **7**, 3, 655-659.
- Madoni P., Davoli D., Gorbi G.** (1996) Toxic effect of heavy metals on the activated sludge protozoan community. *Water Res.*, **30**, 135-141.

- Madoni P., Davoli D.** (1997) Testing the control of filamentous microorganisms responsible for foaming in a full-scale activated sludge plant running with initial aerobic or anoxic contact zone. *Bioresource Technol.*, **60**, 43-49.
- Madoni P., Davoli D., Gibin G.** (2000) Survey of filamentous microorganisms from bulking and foaming activated-sludge plants in Italy. *Water Res.*, **34**, 6, 1767-1772.
- Magara Y., Nambu S., Utosawa K.** (1976) Biochemical and physical properties of an activated sludge on settling characteristics. *Water Res.*, **10**, 1, 71-77.
- Manoliadis O., Bishop P.L.** (1984) Temperature effect on rheology of sludges. *J. Environ. Engrg.*, **110**, 286-290.
- Midoux N.** (1988) Mécanique et rhéologie des fluides en génie chimique. *Technique et documentation (Lavoisier)*, 2^{ème} édition, 513p.
- Mikkelsen L.H., Gotfresen A.K., Agerbaek M.L., Nielsen P.H., Keiding K.** (1996) Effects of colloidal stability on clarification and dewatering of activated sludge. *Water Sci. Tech.*, **34**, 3-4, 449-457.
- Mikkelsen L.H.** (2001) The shear sensitivity of activated sludge-Relations to filterability, rheology and surface chemistry. *Colloids Surfaces*, **182**, 1-14.
- Mikkelsen L.H., Keiding K.** (2002) The shear sensitivity of activated sludge: an evaluation of the possibility for a standardised floc strength. *Water Res.*, **36**, 12, 2931-2940.
- Mikulasek P., Wakeman R. J., Marchant J. Q.** (1997) The influence of pH and temperature on the rheology and stability of aqueous titanium dioxide dispersions. *Chem. Engrg. J.*, **67**, 97-102.
- Moeller G., Torres L.G.** (1997) Rheological characterization of primary and secondary sludges treated by both aerobic and anaerobic digestion. *Bioresource Technol.*, **61**, 207-211.
- Monteiro P.S.** (1997) The influence of the anaerobic digestion process on the sewage sludges rheological behaviour. *Water Sci. Technol.*, **36**, 11, 61-67.

- Moreno J., Vargas M.A., Madiedo J.M., Munoz J., Rivas J., Guerrero M.G.** (2000) Chemical and rheological properties of an extracellular polysaccharide produced by the cyanobacterium *Anabaena sp.* ATCC 33047. *Biotechnol. Bioengr.*, **67**, 3, 283-290.
- Nellenschulte T., Kayser R.** (1997) Change of particule structure of sewage sludges during mechanical and biological processes with regard to the dewatering result. *Water Sci. Technol.*, **36**, 4, 293-306.
- Novak L., Larrea L., Wanner J., Garcia-Heras J.L.** (1993) Non-filamentous activated sludge bulking in a laboratory scale system. *Water Res.*, **27**, 8, 1339-1346.
- Pavoni J.L., Tenney M.W., Echelberger W.F.** (1972) Bacterial extracellular polymers and biological flocculation. *J. Water Pollut. Control Fed.*, **44**, 3, 414-431.
- Pernelle J.J., Cotteux E., Duchène P.** (1998) Effectiveness of oligonucleotide probes targeted against *Thiothrix Nivea* and type 021N 16S rRNA for in situ identification and population monitoring in activated sludges. *Water Sci. Technol.*, **37**, 4-5, 431-440.
- Proff E.A., Lohmann J.H.** (1997) Calculation of pressure drop in the tube flow of sewage sludges with the aid of flow curves. *Water Sci. Technol.*, **36**, 11, 27-32.
- Pujol R., Duchène P., Schietrite S., Canler J. P.** (1991) Biological foams in activated sludge plants: characterization and situation. *Water Res.*, **25**, 11, 1399-1404.
- Ramirez G.W., Alonso J.L., Villanueva A., Guardino R., Basiero J., Bernecer I., Morenilla J.** (2000) A rapid, direct method for assessing chlorine effect on filamentous bacteria in activated sludge. *Water Res.*, **34**, 15, 3894-3898.
- Roche N., Vaxelaire J., Ngo F., Prost C.** (1996) Etude de la remise en suspension des boues activées par aérateurs de surface - Approche rhéologique. *Tribune de l'Eau*, **5-6**, 99-107.
- Rosenberger S., Kraume M.** (2002) Filterability of activated sludge in membrane bioreactors. *Desalination*, **146**, 373-379.

- Rossello-Mora R.A., Wagner M., Amann R., Schleifer K.H.** (1995) The abundance of *Zooglea ramigera* in sewage treatment plants. *Applied Environ. Microb.*, **61**, 2, 702-707.
- Sanin D., Vesilind P.A.** (1996) Synthetic sludge: a physical/chemical model in understanding bioflocculation. *Water Environ. Res.*, **68**, 5, 927-933.
- Sanin D., Vesilind P.A.** (2000) Bioflocculation of activated sludge: the role of calcium ions and extracellular polymers. *Environ. Technol.*, **21**, 1405-1412.
- Sanin D.** (2002) Effect of solution physical chemistry on the rheological properties of activated sludge. *Water SA.*, **28**, 207-211.
- Seyssiecq I., Ferrasse J.H., Roche N.** (2003) State-of-the-art: rheological characterisation of wastewater treatment sludge. *Biochem. Engrg. J.*, **3719**, 1-16.
- Sezgin M., Jenkins D., Parker D.** (1978) A unified theory of filamentous activated sludge bulking. *J. Water Pollut. Control Fed.*, **50**, 362-381.
- Slatter P. T.** (1997) The rheological characterisation of sludges. *Water Sci. Technol.*, **36**, 11, 9-18.
- Smith J.K., Coakley P.** (1984) Diffusivity, tortuosity and pore structure of activated sludge. *Water Res.*, **18**, 117-122.
- Snidaro D., Zartarian F., Jorand F., Bottero J.Y., Block J.C., Manem J.** (1997) Characterization of activated sludge flocs structure. *Water Sci. Technol.*, **36**, 4, 313-320.
- Sobeck D.C., Higgins M. J.** (2002) Examination of three theories for mechanisms of cation-induced bioflocculation. *Water Res.*, **36**, 3, 527-538.
- Sozanski M.M., Kempa E.S., Grocholski K., Bien J.** (1997) The rheological experiment in sludge properties research. *Water Sci. Technol.*, **36**, 11, 69-78.
- Smith J.K., Coakley P.** (1984) Diffusivity, tortuosity and pore structure of activated sludge. *Water Res.*, **18**, 117-122.

- Spicer P.T., Pratsinis S.E.** (1996) Shear-induced flocculation: the evolution of floc structure and the shape of the size distribution at steady state. *Water Res.*, **30**, 5, 1049-1056.
- Spinosa L., Lotito V.** (2003) A simple method for evaluating sludge yield stress. *Advances in Environ. Res.*, 7, 3, 655-659.
- Sponza D.T.** (2002) Extracellular polymer substances and physicochemical properties of flocs in steady- and unsteady-state activated sludge systems. *Process Biochem.*, 37, 9, 983-998.
- Sponza D.T.** (2003) Investigation of extracellular polymer substances (EPS) and physicochemical properties of different activated sludge flocs under steady-state conditions. *Enzyme Microb. Technol.*, **32**, 375-385.
- Steiner A.E., McLean D.A., Forster C.F.** (1976) The nature of activated sludge flocs. *Water Res.*, **10**, 1, 25-30.
- Sutapa I.D.A** (1996) Propriétés physico-chimiques et décantabilité des boues actives en relation avec le transfert d'oxygène et la bioflocculation. *Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine.*
- Thomas D.N., Judd S.J., Fawcett N.** (1999) Flocculation modelling: a review. *Water Res.*, **33**, 7, 1579-1592.
- Trochu L., Philipot J.M.** (1993) L'utilisation de la rhéologie dans le conditionnement des boues d'une usine d'eau potable. *L'eau, l'industrie, les nuisances.* **162**, 41-44.
- Urbain V., Block J.C., Manem J.** (1993) Bioflocculation in activated sludge: an analytic approach. *Water Res.*, **27**, 5, 829-838.
- Van Der Waarde, Geurkink B., Henssen M., Heijnen G.** (1998) Detection of filamentous and nitrifying bacteria in activated sludge with 16S rRNA probes. *Water Sci. Technol.*, **37**, 4-5, 475-479.

- Verwey E.J. W., Overbeek J.G.** (1948) Theory of the stability of lyophobic colloids. *Elsevier*, Amsterdam.
- Vesilind P.A.** (1988) Capillary suction time as a fundamental measure of sludge dewaterability. *J. WPCF*, **60**, 215-220.
- Wagner M., Loy A.** (2002) Bacterial community composition and function in sewage treatment systems. *Current opinion in Biotechnol.*, **13**, 218-27.
- Wanner J.** (1994) The implementation of bulking control in the design of activated sludge systems. *Wat. Sci. Technol.*, **29**, 6, 193-202.
- Westlund A.D., Hagland E., Rothman M.** (1996) Bulking and foaming caused by *Microthrix Parvicella* at three large sewage treatment plants in the greater Stockholm area. *Water Sci. Technol.*, **34**, 5-6, 281-287.
- Wilén B.M., Balmer P.** (1999) The effect of dissolved oxygen concentration on the structure, size and size distribution of activated sludge flocs. *Water Res.*, **33**, 2, 391-400.
- Wilén B.M., Jin B., Lant P.** (2003) The influence of key chemical constituents in activated sludge on surface and flocculating properties. *Water Res.*, **37**, 9, 2127-2139.
- Wu R.M., Tsou G.W., Lee D.J.** (2000) Estimate of sludge floc permeability. *Chem. Engrg. J.*, **80**, 37-42.
- Wu R.M., Lee D.J., Waite T.D., Guan J.** (2002) Multilevel structure of sludge flocs. *J. Colloid Interface Sci.*, **252**, 383-392.
- Yen P.S., Chen L.C., Chien C.Y., Wu R.M., Lee D.J.** (2002) Network strength and dewaterability of flocculated activated sludge. *Water Res.*, **36**, 3, 539-550.
- Zahid W.M., Ganczarczyk J.J.** (1994) Fractal properties of the RBC biofilm structure. *Water Sci. Technol.*, **29**, 10-11, 271-279.
- Zarnovsky L., Derco J., Kuffa R., Drtil M.** (1994) The influence of Cadmium on activated sludge activity. *Water Sci. Technol.*, **10**, 235-242.

Zartarian F., Mustin C., Villemin G., Ait-Ettager T., Thill A., Bottero J.Y., Mallet J.Y., Snidaro D. (1997) Three-dimensional modeling of an activated sludge floc. *Langmuir*, **13**, 1, 35-40.

Zita A., Hermansson M. (1994) Effects of ionic strength on bacterial adhesion and stability of flocs in a wastewater activated sludge system. *Applied Environ. Res.*, **60**, 3041-3048.

NOMENCLATURE

Abréviations

CST : capillary suction time ou temps de suction capillaire (s)

IC : intervalle de confiance

Fo : flux initial de décantation ($\text{g.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$)

NTU : nephelometric turbidity units

STEP : station d'épuration

SVI : sludge volume index ou indice de Mohlman (mL.g^{-1})

ZSV : zone settling velocity ou vitesse initiale de sédimentation (cm.s^{-1})

Symboles

τ : contrainte de cisaillement (Pa)

$\dot{\gamma}$: vitesse de cisaillement (s^{-1})

$\dot{\gamma}_{\text{max}}$: vitesse de cisaillement maximale atteinte (s^{-1})

τ_{B} : contrainte de Bingham (Pa)

τ_{max} : contrainte de cisaillement maximale (Pa)

τ_{∞} : contrainte de cisaillement limite (Pa)

μ : viscosité (Pa.s)

μ_{app} : viscosité apparente (Pa.s)

μ_{eq} : viscosité à l'équilibre (Pa.s)

μ_{∞} : viscosité limite (Pa.s)

μ_{B} : viscosité de Bingham (Pa.s)

Ha : surface d'hystérèse (Pa.s^{-1})

rHa : surface d'hystérèse réduite ($\text{Pa.s}^{-1}.\text{mL}^{-1}$)

ζ : potentiel zéta (mV)

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Représentation de la théorie DLVO.....	22
Figure 2 : Facteurs physiques, chimiques et biologiques affectant les caractéristiques des floes de boue et propriétés des boues activées en résultant.....	27
Figure 3 : Forces agissant sur deux éléments de couches voisines.....	29
Figure 4 : Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles.....	30
Figure 5 : Schéma de rhéomètre à co-cylindres et contraintes de cisaillement associées.....	32
Figure 6 : Courbes d'écoulement de fluides présentant une contrainte critique.....	35
Figure 7 : Courbes d'écoulement des principales catégories de fluides sans contrainte critique.....	36
Figure 8 : rhéogramme enregistré par un rhéomètre à contrainte imposée.....	38
Figure 9 : rhéogramme enregistré par un rhéomètre à vitesse de cisaillement imposée.....	38
Figure 10 : Courbe de sédimentation de l'interface des boues (H) en fonction du temps d'observation (t).....	63
Figure 11 : rhéomètre PHYSICA MC100.....	66
Figure 12 : cellule de mesure Z1 DIN à double entrefer.....	66
Figure 13 : Rhéogramme type de boue activée, échantillon C ₁ , MES = 4,6 g.L ⁻¹	71
Figure 14 : Rhéogramme $\tau = f(\dot{\gamma})$ d'une boue () et évolution de μ_{app} () avec la vitesse de cisaillement pour l'échantillon B ₁ , MES = 5,3 g.L ⁻¹	72
Figure 15 : Evolution de la viscosité avec le temps pour l'échantillon B ₂ , MES = 9,5 g.L ⁻¹	74
Figure 16 : rhéogramme d'une boue activée filamenteuse, A _{F1} , MES = 4,6 g.L ⁻¹	76
Figure 17 : Rhéogramme de boues présentant un foisonnement filamenteux, A _{F1} , MES = 5,0 g.L ⁻¹ (◇ étape 1, × étape 2, Δ étape 3).....	78
Figure 18 : Rhéogramme d'une boue non filamenteuse A ₁	78
Figure 19 : Evolution de rHa pour les échantillons A _{F1} (Δ) et B _{F1} (□) et de l'erreur de mesure sur A _{F1} (▲) et B _{F1} (■) en fonction de γ_{max} appliqué, (MES A _{F1} = 6,1 g.L ⁻¹) et (MES B _{F1} = 3,1 g.L ⁻¹).....	80
Figure 20 : Influence de la durée de la rampe t ₁ sur rHa pour les échantillons A _{F1} (Δ) MES = 6,1g.L ⁻¹ et B _{F1} (□) MES = 3,1 g.L ⁻¹	81
Figure 21 : Evolution de rHa avec les MES pour trois échantillons de boues filamenteuses : A _{F2} (o), E _{F1} (■), A _{F3} (◆) et pour un échantillon non filamenteux : A ₁ ().....	82
Figure 22a : floes filamenteux avant application du protocole de mesure.....	83
Figure 22b : floes et filaments après application du protocole de mesure.....	83
Figure 23 : Evolution de rHa et de rHa _{pbis} en fonction de la MES pour la boue A _{F1}	84
Figure 24 : Evolution de rHa et de rHa _{pbis} en fonction de la MES pour la boue B _{F1}	85
Figure 25 : Evolution de μ_{∞} avec les MES pour les boues A ₂ (), B ₃ (Δ), D ₁ (●) et C ₁ (◆).....	86
Figure 26 : Evolution de τ_{∞} avec les MES pour les boues A ₂ (), C ₁ (▲), D ₁ (●) et B ₃ (Δ).....	87
Figure 27 : Evolution de μ_{∞} (mesurée à 10 g.L ⁻¹) en fonction du SVI pour les échantillons A ₂ , A ₃ , B ₃ , C ₁ , D ₁ et E ₁	89
Figure 28 : Evolution de μ_{∞} (Δ, MES = 5,5 g.L ⁻¹) et du SVI (■) en fonction du temps lors d'une digestion aérobie de boue activée, échantillon G ₁	90
Figure 29 : Evolution du potentiel zéta en fonction du pH pour les échantillons A ₄ , B ₄ et C ₂	97
Figure 30 : Evolution de μ_{eq} en fonction du pH pour les échantillons A ₄ , B ₄ et C ₂	97
Figure 31 : Evolution de la turbidité du surnageant en fonction du pH pour les échantillons A ₄ , B ₄ et C ₂	99
Figure 32 : Evolution du CST de la boue en fonction du pH pour les échantillons A ₄ , B ₄ et C ₂	99
Figure 33 : Variation de μ_{eq} avec l'ajout de cations. Ca ²⁺ (Δ) et Na ⁺ (■) pour les échantillons A ₅ , B ₅ et C ₃	101
Figure 34 : Variation du CST avec l'ajout de cations. Ca ²⁺ (Δ) et Na ⁺ (■) pour les échantillons A ₅ , B ₅ et C ₃	101
Figure 35 : Corrélation linéaire entre le potentiel zéta et μ_{eq} pour les échantillons A ₄ (■), B ₄ (▲) et C ₂ (●) dans la gamme de pH 2,5-9,5.....	103
Figure 36 : Evolution de μ_{eq} avec la dose de chlore fournie, échantillon A ₆ , MES = 10,9 g.L ⁻¹	108
Figure 37 : Evolution de μ_{eq} avec la dose de chlore fournie, échantillon B ₆ , MES = 10,3 g.L ⁻¹	108
Figure 38 : Evolution de rHa avec la dose de chlore fourni. Echantillon A _{F2} , MES = 5,0 g.L ⁻¹	109
Figure 39 : Evolution de rHa avec la dose de chlore fournie, échantillon B _{F2} , MES = 7 g.L ⁻¹	109
Figure 40 : Variation de μ_{eq} en fonction de la charge ajoutée de différents métaux. Echantillon de boues A ₇ , MES = 10,9 g.L ⁻¹	111

Figure 41 : Variation de μ_{eq} en fonction de la charge ajoutée de différents métaux. Echantillon de boues B ₇ , MES = 10,6 g.L ⁻¹ .	112
Figure 42 : Evolution de μ_{eq} avec le pH suite à l'ajout de plomb (Δ) (10 meq.g ⁻¹ MES), comparaison avec la boue brute (\blacksquare), échantillon A ₈ , MES = 12,6 g.L ⁻¹ .	113
Figure 43 : Evolution de μ_{eq} avec la dose d'EDTA ajoutée pour une valeur de pH non régulée (\blacksquare) et pour une valeur de pH = 6,5 (Δ). Echantillon de boues A ₉ (MES = 12 g.L ⁻¹).	114
Figure 44 : Evolution de rHa lors de l'évolution de 3 bulkings : A _{F3} (\square), B _{F3} (Δ) et C _{F1} (\times).	117
Figure 45 : Evolution de rHa/MES lors de l'évolution de 3 bulkings : A _{F3} (\square), B _{F3} (Δ) et C _{F1} (+).	118
Figure 46.a : flocs non filamenteux (B _{F3} , 1 ^{er} jour, grossissement 400)	119
Figure 46.b : flocs filamenteux (B _{F3} , 5 ^{ème} jour, grossissement 400).	119
Figure 46.c : flocs fortement filamenteux (B _{F3} , 11 ^{ème} jour, grossissement 400).	119
Figure 47 : Evolution de rHa/MES pour deux échantillons de boue, B _{F4} (\blacktriangle) et A _{F4} (\diamond).	121
Figure 48 : Corrélacion entre la teneur en sucre et rHa/MES lors du développement des foisonnements filamenteux pour les échantillons A _{F4} (\blacklozenge) et B _{F4} (\blacksquare).	123
Figure 49. : Evolution de rHa (\diamond) et de SVI (\blacktriangle) pour l'échantillon A _{F5} lors du développement d'un bulking filamenteux.	125
Figure 50 : Evolution de rHa (\diamond) et de Fo (\blacktriangle) pour la boue A _{F5} .	127
Figure 51 : Evolution rHa avec le temps pour les 2 bulkings issus de boues différentes A _{F6} (Δ) et B _{F6} (\blacksquare).	129
Figure 52 : Evolution de ZSV en fonction de rHa pour un gradient de concentration de l'échantillon de boue A _{F6} , pour des prélèvements réalisés à t _{A1} et t _{A2} .	130
Figure 53 : Evolution de ZSV en fonction de la MES pour l'échantillon de boue A _{F6} , pour des prélèvements réalisés à t _{A1} et t _{A2} .	131
Figure 54 : Evolution de ZSV en fonction de rHa pour un gradient de concentration de l'échantillon de boue B _{F6} , pour des prélèvements réalisés à t _{B1} et t _{B2} .	132
Figure 55 : Evolution de ZSV en fonction de la MES pour l'échantillon de boue B _{F6} , pour des prélèvements réalisés à t _{B1} et t _{B2} .	132
Figure 56 : Variation de rHa en fonction de ZSV pour différents échantillons de boues lors du suivi de l'évolution de six foisonnements filamenteux différents.	134

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Quelques ordres de grandeur des valeurs de viscosité de différents matériaux à température ambiante.	31
Tableau 2 : Modèles rhéologiques décrivant l'écoulement de fluides à contrainte critique (d'après Midoux, 1988).....	35
Tableau 3 : Lois rhéologiques de fluides ne présentant pas de contrainte critique (d'après Midoux, 1988).	37
Tableau 4 : coefficients permettant de déterminer le caractère thixotrope de fluides de Bingham.....	39
Tableau 5 : Description des conditions expérimentales, de la modélisation rhéologique utilisée et de l'influence de la MES sur les propriétés des boues obtenues par différents auteurs, d'après Seyssiecq et al. (2003).	49
Tableau 6 : Caractéristiques de fonctionnement des stations d'épuration dans lesquelles les échantillons de boues activées sont prélevés.	60
Tableau 7 : Valeur moyenne de τ_{\max} et erreur de mesure pour plusieurs échantillons de boues filamenteuses.	77
Tableau 8 : Présentation du protocole de mesure.	77
Tableau 9 : valeurs de μ_{∞} à 5,5 et 10 g.L ⁻¹ pour six échantillons de boue.	88
Tableau 10 : Caractéristiques des boues activées épaissies.	94
Tableau 11 : Evolution du paramètre rhéologique et de la teneur en filaments en fonction du temps lors de l'évolution de deux bulking filamenteux.....	121
Tableau 12 : Caractéristiques initiales des boues activées.....	124
Tableau 13 : Comparaison entre la sensibilité de rHa et de SVI pour la détection de bulkings filamenteux.	126
Tableau 14 : Comparaison entre la sensibilité de rHa et de Fo pour la détection de bulkings filamenteux.	127

LISTE DES TRAVAUX PUBLIES

Tixier N., Guibaud G., Baudu M. (2003) Effect of pH and ionic environment changes on interparticle interactions affecting activated sludge flocs: a rheological approach. *Environ. Technol.*, 24, 971-978.

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

Tixier N., Guibaud G., Baudu M. (2003) Use of rheological measurement for monitoring filamentous bacteria development in aeration tank. *Water Sci. Technol.*, in press.

Tixier N., Guibaud G., Baudu M. (2003) Towards a rheological parameter for activated sludge bulking characterisation. *Enzyme Microb. Technol.*, 33, 292-298.

Guibaud G., Tixier N., Bouju A., Baudu M. (2003) Relation between extracellular polymers' composition and its ability to complex Cd, Cu, and Pb. *Chemosphere*, 52, 1701-1710.

Guibaud G., Tixier N., Bouju A., Baudu M. (2003) Use of a polarographic method to determine copper, nickel and zinc constants of complexation of extracellular polymers extracted from activated sludge. *Process Biochem.*, in press.

Guibaud G., Dollet P., Tixier N., Dagot C., Baudu M. (2003) Characterisation of the evolution of activated sludges using rheological measurements. *Process Biochem.*, in press.