



UNIVERSITÉ DE LIÈGE  
**Faculté des Sciences Appliquées**  
Département de Chimie Appliquée  
Laboratoire de Génie Chimique

**ÉTUDE DU SÉCHAGE CONVECTIF DE BOUES DE  
STATION D'ÉPURATION**

-

**SUIVI DE LA TEXTURE PAR  
MICROTOMOGRAPHIE À RAYONS X**

**Angélique LÉONARD**

Thèse présentée en vue de l'obtention du grade de  
Docteur en Sciences Appliquées

**2002**

*À mes parents, je leur dois tout ce que je suis.*

*À Anne-Françoise et à Jean-François, qu'ils  
pardonnent mes absences.*

*À Jean-Philippe, pour sa présence de chaque  
instant et sa confiance sans cesse renouvelée.*

## REMERCIEMENTS

---

Cette thèse a été effectuée au sein du Laboratoire de Génie Chimique de l'Université de Liège. Ce travail aborde des thèmes relatifs à l'environnement et à la tomographie qui constituent deux des axes majeurs de recherche du laboratoire. Le séchage est quant à lui un sujet de recherche plus récent dont les premiers résultats significatifs sont exposés ici. Cette thèse a été réalisée grâce à l'octroi d'une bourse d'Aspirant de la part du Fonds National de la Recherche Scientifique.

Je tiens à adresser mes plus vifs remerciements au Professeur Michel Crine qui m'a accordé sa confiance dès la réalisation de mon travail de fin d'études et qui m'a ensuite permis de poursuivre dans la voie de la recherche par la réalisation d'un doctorat. Les nombreuses heures de discussion qu'il a consacrées à ce travail, malgré son agenda chargé, ont permis, à maintes reprises, de clarifier mes pensées. Son sens de l'analyse, sa rigueur scientifique, ses suggestions pertinentes et ses larges connaissances ont grandement contribué à la finalisation de ce travail.

Je remercie également le Professeur Pierre Marchot pour l'oreille attentive qu'il a prêtée tout au long de ce travail. Son aide dans les domaines du traitement du signal et de la tomographie m'a été d'une grande utilité. Qu'il soit remercié pour ses encouragements et son esprit critique constructif.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude au Professeur Jean-Paul Pirard pour l'intérêt marqué qu'il a porté à ce travail, dès son commencement. Son soutien, tant moral que scientifique, m'a profondément touché. Je le remercie particulièrement pour le temps qu'il a consacré à la relecture attentive et critique du manuscrit. En outre, je lui sais gré d'avoir mis à ma disposition divers équipements de son laboratoire.

J'adresse également mes plus sincères remerciements à Madame Silvia Blacher, Docteur en Physique, qui m'a initiée avec un enthousiasme toujours renouvelé à l'analyse d'images. Je lui suis redevable de nombreuses heures de discussion et de travail qui ont permis le développement d'une méthodologie originale d'analyse d'images. Ses encouragements et sa curiosité scientifique m'ont été des plus précieux.

Ma reconnaissance va encore à Monsieur René Pirard, Docteur en Sciences Appliquées, pour le temps qu'il a consacré à m'initier au maniement du porosimètre au mercure et du rhéomètre. Qu'il soit également remercié pour les mesures d'isothermes d'adsorption-désorption d'azote et de microscopie électronique qu'il a acceptées de réaliser sur mes échantillons. Je n'oublie pas non plus toute l'aide qu'il a apporté à l'interprétation des différents résultats.

Je tiens particulièrement à remercier tous les membres du Laboratoire de Génie Chimique. Chacun à sa manière a contribué à l'accomplissement de ce travail. Merci à Mademoiselle Emmanuelle Fransolet pour tout le soutien moral dont elle a fait preuve à mon égard et les nombreuses heures qu'elle a consacrées à la relecture de cette thèse. Merci à Madame Dominique Toye pour son soutien, le partage de ses connaissances dans le domaine de la tomographie et le temps passé à la relecture de la partie du travail consacrée à ce sujet. Merci à Monsieur Thierry Salmon, véritable mémoire du laboratoire, pour l'intérêt qu'il a porté à mes recherches et pour les coups de pouce techniques qu'il m'a apportés à divers moments. Merci à Mademoiselle Sylvie Gros Lambert pour ses encouragements et toutes les réponses qu'elle a prodiguées dans le domaine informatique. Merci à Monsieur Édouard Kouakou pour sa présence discrète et chaleureuse au bureau. Merci à Mademoiselle Nicole Fraiture pour l'ensemble du travail administratif qu'elle a effectué. Merci enfin à Messieurs Marc De Bruyn et Frédéric Fyon pour le temps qu'ils ont consacré au montage des dispositifs expérimentaux. Leurs compétences techniques et leur sens de la débrouille ont été essentiels à la réalisation de ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à l'AIDE, Association Intercommunale pour le Démergement et l'Épuration des Communes de la Province de Liège, en la personne de Monsieur Alain Goffinet, Directeur de la Section Épuration. Je lui sais gré de m'avoir autorisée à prélever des boues dans les stations d'épuration de Retinne et d'Embourg, dans la région liégeoise, dont l'AIDE assure la gestion.

Je tiens également à exprimer ma reconnaissance sincère à Monsieur Félix Lannoy, Chargé de cours, au Professeur Jacques Vanderschuren, au Professeur Michel Roques et au Professeur Didier Lecomte, membres du jury, qui ont accepté d'évaluer ce travail. Qu'ils soient remerciés pour le temps consacré à cette tâche. J'adresse un merci particulier aux Professeurs extérieurs à l'Université de Liège qui ont accepté un déplacement, Outre-Quévrain pour certains.

Enfin, je tiens à remercier le Professeur Guy L'Homme, fondateur du Laboratoire de Génie Chimique de l'Université de Liège. L'ensemble des travaux de recherche réalisés au laboratoire porte, et portera encore longtemps, la marque de son empreinte.

## RÉSUMÉ

---

Cette thèse s'inscrit dans une dynamique de recherche qui a vu le jour assez récemment dans le domaine du séchage des boues de station d'épuration. Conscientes des problèmes de gestion que va entraîner l'augmentation des quantités de boue produites suite à l'application de la législation européenne, différentes équipes de recherche se sont lancées dans l'étude du séchage des boues. Considérant que l'épandage agricole et la valorisation énergétique demeureront les principales filières d'élimination pour les boues, le séchage constitue, dans les deux cas, une étape essentielle après la déshydratation mécanique. L'ambition de ce travail est de contribuer à améliorer les connaissances dans le domaine du séchage convectif des boues et à mieux appréhender les changements de texture qui surviennent au cours du séchage à l'aide de la microtomographie à rayons X.

Le chapitre I décrit le contexte général dans lequel se situe le travail, c'est-à-dire l'épuration des eaux usées et la production de boues qui en résulte. La place du séchage dans les différentes filières de valorisation, compte tenu des exigences de la législation européenne, est présentée. Ensuite, un état des connaissances dans le domaine du séchage des boues ainsi qu'une présentation des technologies de séchage actuellement mises en oeuvre sont effectués. Ce chapitre met en évidence que l'état divisé de la matière se situe au cœur du travail et pose les objectifs majeurs de la présente étude.

Le chapitre II est consacré à la définition des notions essentielles à l'étude du séchage. Le concept d'isotherme de sorption à l'eau est présenté avant de passer en revue les différents types d'eau que l'on trouve dans les boues. Les modes de transport d'eau pendant le séchage sont ensuite rappelés. La suite du chapitre se concentre sur la manière dont les données de séchage sont exploitées et reprend, brièvement, les progrès effectués en modélisation de la cinétique. La fin du chapitre décrit le retrait qui constitue un phénomène indissociable du séchage des matériaux déformables dont font partie les boues.

L'ensemble des dispositifs expérimentaux et des méthodes utilisés au long de ce travail sont décrits dans le chapitre III. Les principaux dispositifs expérimentaux sont la cellule de filtration sous pression, le système d'extrusion des échantillons, le microsécheur convectif et le microtomographe à rayons X. Les méthodes décrites concernent la caractérisation des boues, la déshydratation des boues, le filtrage des courbes de séchage, l'exploitation des coupes tomographiques par analyse d'images et la manière de rassembler les informations issues du séchage et de la microtomographie.

Le chapitre IV est consacré au développement d'une procédure de conditionnement et de déshydratation permettant d'obtenir une boue déshydratée dont la siccité est la plus élevée et la plus reproductible possible. La mise au point de cette procédure permet d'effectuer cette étude sur des boues réelles. Les boues sont prélevées après l'étape d'épaississement dans deux stations d'épuration gérées par l'AIDE, à Retinne et à Embourg. Les gâteaux de boue obtenus sont ensuite caractérisés : les propriétés rhéologiques sont déterminées ainsi que le taux d'eau liée par l'intermédiaire des isothermes de désorption à l'eau. Des essais de séchage sur des échantillons extrudés à partir du gâteau de filtration montrent que les conditions opératoires de conditionnement et de déshydratation des boues n'ont pas d'influence significative sur la cinétique. La procédure de production d'échantillons mise au point (conditionnement-filtration-extrusion) est utilisée dans toute la suite du travail.

Tout au long du chapitre V, l'influence de trois variables opératoires (la température, la vitesse superficielle et l'humidité absolue de l'air) sur le retrait, la cinétique de séchage, la fissuration et le développement de profils d'humidité au cours du séchage d'extrudats de chacune des deux boues est étudiée. Pour ce faire, les données issues du microsécheur et du microtomographe sont exploitées conjointement. Une analyse multi-zones permet de relier différents phénomènes observés se produisant de manière simultanée. Le développement de résistances intragranulaires au transfert, l'apparition de gradients d'humidité à la paroi et le phénomène de fissuration sont en effet liés.

Le chapitre VI aborde une caractérisation plus détaillée de la texture des échantillons, principalement dans leur état séché. À cet effet, des techniques telles la microscopie électronique à balayage, la mesure des isothermes d'adsorption-désorption d'azote et la porosimétrie au mercure sont utilisées en plus de la microtomographie.

Le travail se termine par une conclusion rassemblant l'ensemble des résultats et par l'énoncé de perspectives qui pourraient constituer une suite intéressante à cette étude.

## TABLE DES MATIÈRES

---

CHAPITRE I. INTRODUCTION	1
1. Avant-propos	1
2. L'épuration des eaux et la production des boues	2
2.1. L'épuration des eaux usées	2
2.1.1. Définition d'une eau usée	2
2.1.2. Description d'une station d'épuration classique	3
2.2. La filière boue	4
2.2.1. La stabilisation	5
2.2.2. Conditionnement et déshydratation des boues	5
2.2.2.1. <i>Conditionnement chimique</i>	5
2.2.2.2. <i>Techniques de déshydratation : centrifugation et filtration</i>	6
2.2.2.2.1. La centrifugation	6
2.2.2.2.2. La filtration	6
3. La problématique des boues	9
3.1. Aspects législatifs	9
3.2. Filières d'élimination-valorisation	10
3.2.1. La valorisation agricole	12
3.2.1.1. <i>Qualité des boues</i>	13
3.2.1.2. <i>Nature et localisation des sols</i>	14
3.2.2. La valorisation énergétique	14
3.2.2.1. <i>L'incinération</i>	14
3.2.2.2. <i>Oxydation par voie humide (OVH)</i>	14
3.2.2.3. <i>Thermolyse</i>	15
3.2.2.4. <i>Gazéification</i>	15
3.3. Quelle place pour le séchage dans les filières de valorisation ?	15
3.3.1. Séchage et épandage	15
3.3.2. Séchage et valorisation énergétique	16
4. État des connaissances	17
4.1. Le séchage thermique des boues : technologie et mise en œuvre	17
4.1.1. Les sècheurs directs	17
4.1.1.1. <i>Le sécheur rotatif (ou à tambour)</i>	17
4.1.1.2. <i>Le sécheur pneumatique, dit sécheur flash</i>	18
4.1.1.3. <i>Le convoyeur à bande</i>	19
4.1.2. Les sècheurs indirects	19
4.1.2.1. <i>Les sècheur rotatifs</i>	19
4.1.2.2. <i>Le sécheur multi-étagé vertical (rotatif ou non) ou sécheur à plateaux</i>	20
4.1.2.3. <i>Les fours combinant séchage et incinération</i>	21

4.1.3.	Considérations énergétiques	21
4.1.4.	Avantages et inconvénients des technologies	21
4.2.	Le séchage des boues : état de la question	22
5.	Objectifs du travail	23
6.	Références	25
CHAPITRE II. NOTIONS CONCERNANT LE SÉCHAGE		28
1.	Définition	28
2.	Caractéristiques de l'air humide	28
3.	Différentes formes d'eau au sein d'un matériau humide	29
3.1.	Isothermes de sorption	29
3.1.1.	Modélisation des isothermes	31
3.1.2.	Chaleur isostérique de désorption	33
3.2.	Les formes d'eau dans les boues d'épuration	33
4.	Analyse de la cinétique de séchage (cas du séchage convectif)	34
4.1.	Analyse globale des courbes de Krischer	37
4.1.1.	Période de préchauffage	37
4.1.2.	Période à vitesse ou flux constant	38
4.1.3.	Les deux périodes de ralentissement	38
4.1.3.1.	<i>Receding front model</i>	38
4.1.3.2.	<i>Wetted-surface model</i>	39
4.2.	La classification de Sherwood	39
4.3.	Évolution de la température	40
5.	Modélisation simplifiée	41
5.1.	Période à flux constant	41
5.2.	Période à flux décroissant	42
5.2.1.	Modes de transport de l'eau	42
5.2.2.	Modélisation	43
6.	Le phénomène de retrait	44
7.	Références	47
CHAPITRE III. MATÉRIELS ET MÉTHODES		51
1.	Méthodes de caractérisation de la boue	51
1.1.	Teneur en matières sèches ou siccité (MS)	51
1.2.	Teneur en matières volatiles (MSV)	51
1.3.	Porosimétrie au mercure	51
1.4.	Isotherme d'adsorption-désorption d'azote	52
1.5.	Isothermes de sorption à l'eau	52
1.6.	Rhéologie	53
1.6.1.	Principe de la rhéologie	53
1.6.2.	Mesure des propriétés rhéologiques par déformations oscillantes	54
1.6.3.	Matériel et méthode	56
2.	Conditionnement et filtration de la boue	56



2.1.	Préparation du flocculant	57
2.2.	Floculation	57
2.3.	Filtration	58
2.3.1.	Description de la cellule de filtration	58
2.3.2.	Méthode	59
2.4.	Stratégie de conditionnement	59
2.5.	Traitement des résultats	60
2.5.1.	Détermination de la résistance spécifique à la filtration (RSF)	60
2.5.2.	Détermination du coefficient de compressibilité	63
3.	Les stations de prélèvement des boues	63
4.	Étude du séchage	64
4.1.	Introduction	64
4.2.	Système d'extrusion	64
4.3.	Le microsécheur convectif	65
4.3.1.	Description de l'installation	65
4.3.2.	Fixation des conditions opératoires	68
4.3.3.	Exemple de mesures effectuées	68
4.4.	Microtomographe à rayons X	69
4.4.1.	Principe de la tomographie à rayons X	69
4.4.2.	De la tomographie à la microtomographie	74
4.4.3.	Description de l'appareil	75
4.4.4.	Paramètres d'acquisition et de reconstruction	77
4.4.5.	Méthodologie et exemple de mesures effectuées	77
4.5.	Analyse d'images	80
4.5.1.	Introduction	80
4.5.2.	Définitions	81
4.5.2.1.	<i>Opérations morphologiques</i>	81
4.5.2.2.	<i>Mesures – Caractérisation</i>	82
4.5.3.	Analyse des coupes transversales	82
4.5.3.1.	<i>Processus de binarisation</i>	82
4.5.3.2.	<i>Analyse en niveau de gris</i>	88
4.5.4.	Projections	94
4.6.	Obtention des courbes de flux : rassemblement des données issues du microsécheur et du microtomographe	96
4.6.1.	Calcul de la vitesse de séchage	96
4.6.2.	Calcul de la surface externe	99
4.7.	Courbes de retrait	100
4.8.	Caractérisation de la texture	101
4.9.	Plan expérimental d'étude du séchage	102
5.	Références	103

## CHAPITRE IV. CONDITIONNEMENT ET DÉSHYDRATATION : ANALYSE DES RÉSULTATS 108

1.	Étude du conditionnement et de la déshydratation	108
1.1.	Boue de Retinne	109
1.1.1.	Reproductibilité au point central	110
1.1.2.	Influence du $\Delta P$ de filtration sur la siccité du gâteau	111
1.1.3.	Influence de la dose de flocculant sur la siccité du gâteau	112
1.1.4.	Influence du $\Delta P$ de filtration sur la résistance spécifique à la filtration	113
1.1.5.	Influence du dosage de flocculant sur la RSF	114
1.1.6.	Conclusions	114
1.2.	Boue d'Embourg	115
1.2.1.	Reproductibilité au point central	116
1.2.2.	Influence du $\Delta P$ de filtration sur la siccité du gâteau	117
1.2.3.	Influence de la dose de flocculant sur la siccité du gâteau	118
1.2.4.	Conclusions	118
1.3.	Synthèse des résultats	119
2.	Rhéologie des gâteaux de filtration	119
2.1.	Boue de Retinne	119
2.2.	Boue d'Embourg	122
3.	Isothermes de sorption	125
3.1.	Boue de Retinne	125
3.2.	Boue d'Embourg	127
3.3.	Modélisation	128
4.	Comportement au séchage	130
4.1.	Boue de Retinne	131
4.1.1.	Reproductibilité au point central	131
4.1.2.	Influence du $\Delta P$ de filtration	133
4.1.3.	Influence de la dose de flocculant	134
4.2.	Boue d'Embourg	136
4.3.	Conclusions	138
5.	Synthèse générale	138
6.	Références	139

## CHAPITRE V. SÉCHAGE ET RETRAIT : ANALYSE DES RÉSULTATS 141

1.	Plan expérimental	141
1.1.	Boue de Retinne	142
1.2.	Boue d'Embourg	145
2.	Le retrait	146
2.1.	Boue de Retinne	146
2.2.	Boue d'Embourg	152
2.3.	Synthèse	156
3.	La cinétique de séchage	157

3.1.	Boue de Retinne	157
3.1.1.	Influence de la vitesse superficielle de l'air	158
3.1.2.	Influence de la température de l'air	162
3.1.3.	Influence de l'humidité absolue de l'air	165
3.1.4.	Régression multilinéaire	167
3.1.5.	Calcul des coefficients de transfert	167
3.1.6.	Calcul de la capacité opératoire	172
3.2.	Boue d'Embourg	174
3.2.1.	Influence de la vitesse superficielle de l'air	174
3.2.2.	Influence de la température de l'air	178
3.2.3.	Influence de l'humidité absolue de l'air	181
3.2.4.	Régression multilinéaire	183
3.2.5.	Détermination des coefficients de transfert	184
3.2.6.	Calcul de la capacité évaporatoire	186
3.3.	Synthèse	186
4.	La fissuration	188
4.1.	Boue de Retinne	192
4.2.	Boue d'Embourg	197
4.3.	Synthèse et discussion	201
5.	Profils d'humidité	202
5.1.	Boue de Retinne	202
5.2.	Boue d'Embourg	207
5.3.	Synthèse	211
6.	Calcul du coefficient de diffusion	211
7.	Synthèse générale	213
7.1.	Boue de Retinne	214
7.1.1.	Zone 1 : $W/W_0 > 0.67$	214
7.1.2.	Zone 2 : $0.18 < W/W_0 < 0.67$	215
7.1.3.	Zone 3 : $0.04 < W/W_0 < 0.18$	215
7.1.4.	Zone 4 : $W/W_0 < 0.04$	216
7.2.	Boue d'Embourg	216
7.2.1.	Zone 1 : $0.50 < W/W_0 < 0.82$	216
7.2.2.	Zone 2 : $0.07 < W/W_0 < 0.50$	217
7.2.3.	Zone 3 : $W/W_0 < 0.07$	217
8.	Références	218
CHAPITRE VI. CARACTÉRISATION DE LA TEXTURE DES ÉCHANTILLONS SÉCHÉS		220
1.	Images SEM	220
2.	Isothermes d'adsorption-désorption d'azote	221
3.	Porosimétrie au mercure	224
4.	Microtomographie à rayons X	227
4.1.	Visualisation à 3 dimensions	227
4.2.	Analyse morphologique à 2 dimensions	229
4.2.1.	Facteur de forme des sections	230
4.2.2.	Caractérisation des crevasses	231
5.	Synthèse générale	236

6. Références	237
CHAPITRE VII. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	239
LISTE DES SYMBOLES ET ACRONYMES	243
GLOSSAIRE	247
ANNEXES	248
Annexe I : Propriétés de l'air humide	248
Annexe II : Fixation des conditions opératoires	249
Annexe III : Tomographie à rayons X	250
Annexe IV : Algorithme servant au traitement des sections transversales	253
Annexe V : Algorithme pour le calcul de la hauteur de l'échantillon	258
Annexe VI : Équations pour le calcul des grandeurs intervenant dans les nombre adimensionnels	259

## CHAPITRE I. INTRODUCTION

---

### 1. Avant-propos

L'eau a toujours été synonyme de vie et de croissance. Cet 'or bleu' est tout d'abord essentiel à la survie de l'être humain, dont le corps en est lui-même constitué à plus de 60%. L'eau est également indispensable à l'agriculture et à l'élevage, principales sources de nourriture pour toute société. L'eau douce naturelle et potable se trouve en grande partie contenue dans les icebergs et les glaciers, le reste se trouvant dans les lacs, fleuves et réserves souterraines. Ces sources d'eaux douces cumulées ne représentent à peine que 2.5% des eaux terrestres. Pendant longtemps, nul ne s'est guère préoccupé de la manière de s'approvisionner en eau de qualité, la nature ayant toujours suffi à fournir cette précieuse ressource.

Suite à la révolution industrielle et à l'intensification de l'agriculture en réponse aux besoins d'une population croissante, la consommation mondiale d'eau douce n'a cessé d'augmenter depuis le début du 20<sup>ème</sup> siècle. En l'espace d'un siècle, la population mondiale a triplé alors que la consommation d'eau douce a été multipliée par six. Cette augmentation est liée au degré de développement du pays : plus le niveau de vie de la population est élevé, plus la consommation d'eau est importante. Si on additionne les usages domestiques et industriels, on peut considérer que nos sociétés européennes modernes utilisent en moyenne 1500 litres d'eau par habitant et par jour, contre respectivement 40 et 4000 litres pour les pays en voie de développement et les États-Unis (Frémy et al., 2002).

À une consommation d'eau croissante correspondent des rejets d'eaux usées croissants, avec pour conséquence une diminution conjointe de la quantité et de la qualité des eaux douces terrestres. Ce phénomène est aggravé par la diminution du pouvoir autoépurateur des cours d'eau (curages, dragages, canalisations artificielles des rivières). En outre, suite à l'urbanisation croissante, à l'érosion des sols et au déboisement, l'eau s'infiltre de moins en moins profondément dans le sol et rejoint plus vite les fleuves et les mers. Aussi, partout dans le monde, l'eau douce et potable est un bien de plus en plus cher et de plus en plus rare.

Les premiers réseaux d'égouts structurés sont apparus vers 1850, essentiellement dans un but d'assainissement des villes. Quant aux centres d'épuration précurseurs de nos stations modernes, ils se sont développés en Europe au début du 20<sup>ème</sup> siècle (Edeline, 1993). Si l'homme voulait continuer à jouir de ce bien naturel, il était en effet nécessaire de réduire la charge polluante des eaux usées, tant domestiques qu'industrielles.

Qui dit épuration des eaux dit également production de boues. Pourtant, dans un premier temps, l'objectif de ces stations a été essentiellement de garantir le rejet d'une eau de qualité définie en se préoccupant peu des boues engendrées par les procédés d'épuration. La tendance actuelle est différente dans le sens où les boues, au même titre que l'eau épurée, sont considérées comme un élément qui contribue à l'impact environnemental d'une station d'épuration.

Suite à la législation européenne en matière d'épuration des eaux usées, les quantités de boues vont croître de manière drastique dans les prochaines années. Dans le même temps, les filières d'élimination s'amenuisent notamment suite à la réduction planifiée par l'Union Européenne des quantités de déchets biodégradables mis en décharge (Conseil de l'Union Européenne, 1999). Dès lors, la gestion des boues produites va devenir une question cruciale à court terme. Dans ce cadre, le séchage des boues constitue une des solutions envisageables en aval des stations, avant une valorisation agricole ou thermique.

## **2. L'épuration des eaux et la production des boues**

Les boues sont composées d'éléments recueillis à différents stades de l'épuration d'une eau usée : matières minérales en suspension, matières organiques non biodégradables et microorganismes, ces derniers résultant de l'épuration biologique.

Parmi les boues, on distingue les boues urbaines et les boues industrielles. Les premières sont produites dans les stations d'épuration traitant des effluents dits 'urbains', c'est-à-dire majoritairement des eaux usées d'origine domestique. Les secondes sont issues du traitement d'eaux usées industrielles. Ces eaux sont le plus souvent traitées directement en aval de leur production. Dans ce travail, nous nous préoccupons uniquement de boues urbaines. Le paragraphe suivant explique à quel moment et de quelle manière ces boues sont produites au cours de l'opération d'épuration.

### **2.1. L'épuration des eaux usées**

#### **2.1.1. Définition d'une eau usée**

La pollution d'une eau dite usée peut résulter de nombreux facteurs : rejets domestiques divers, ruissellement, infiltration,... Cette pollution peut être quantifiée par des caractéristiques physiques (MES, odeur,...), chimiques (DCO, DBO<sub>5</sub>, Azote Kjeldahl, azote minéral, teneur en phosphate, teneur en matières toxiques,...) et biologiques (bactéries, virus,...).

La notion d'équivalent habitant EH, qui représente la charge moyenne rejetée par habitant et par jour, a été introduite de manière à caractériser globalement les rejets d'eaux usées. En Belgique, un équivalent habitant correspond à un rejet de 180 litres d'eaux usées par jour et par habitant, présentant les caractéristiques suivantes :

**Tableau I.1 : Teneur en DBO<sub>5</sub>, DCO, Azote Kjeldahl, et MES par litre d'équivalent habitant**

mg DBO <sub>5</sub> /L	mg DCO/L	mg Azote Kjeldahl/L	mg MES/L
300	750	55	500

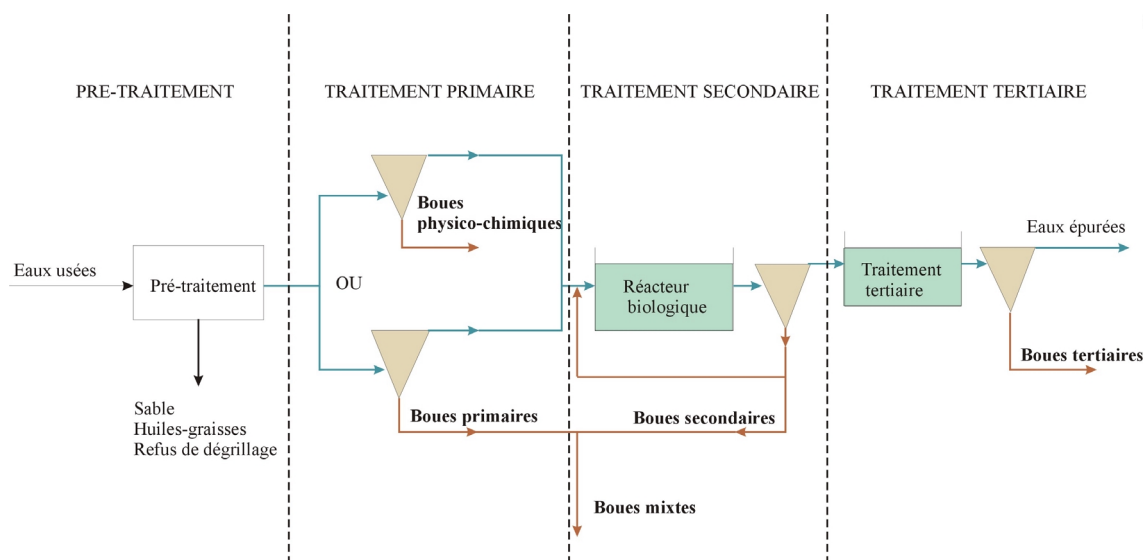
On admet que l'épuration de 1 équivalent habitant produit 15 à 20 kg de boues, en matières sèches (Apesa, 2000), ce qui correspond généralement à une quantité de matières fraîches quatre fois plus grande compte tenu de la teneur en humidité des boues après déshydratation en sortie de station d'épuration. Selon la Division Générale des Ressources Naturelles et de l'Environnement, environ 18000 tonnes de boues (matières sèches) ont été produites en Région Wallonne en 1999 (DGRNE, 1999).

### 2.1.2. Description d'une station d'épuration classique

La Figure I.1 représente schématiquement les opérations rencontrées dans une station d'épuration.

Le pré-traitement peut comporter un dégrillage, un dessablage et un déshuilage.

Le traitement primaire se limite à des opérations de séparation liquide-solide et liquide-liquide comme la décantation gravitaire et la flottation. **Les boues primaires** soutirées en pied de décanteur sont composées à la fois de matières minérales et organiques. Dans certains cas, un traitement de coagulation-floculation est effectué pour améliorer la décantation. On parle alors de **boues physico-chimiques**.



**Figure I.1 : Schéma d'une station d'épuration.**

Le traitement secondaire est essentiellement biologique et a pour but la dégradation des matières organiques biodégradables. L'assimilation de ces matières organiques par une flore de microorganismes produit des composés gazeux d'une part et de la biomasse d'autre part (croissance cellulaire). La biomasse produite en excès, la **boue secondaire**, doit être retirée du système afin d'assurer la continuité de l'épuration.

Ces boues sont très organiques (plus de 50% sur base sèche) et contiennent essentiellement des microorganismes et leurs sécrétions.

On distingue essentiellement trois types de procédés : les procédés à décantation interne (lagunage), les procédés à biomasse fixée (lits bactériens, biodisques), et les procédés à recyclage de biomasse. Ces derniers, mieux connus sous le nom de procédés à boues activées sont les plus répandus. C'est de ce type de procédé dont sont issues les boues étudiées dans le présent travail. Un procédé à boues activées classique comprend :

- un bassin d'aération dans lequel l'eau à épurer est mise en contact avec la biomasse ;
- un dispositif de brassage et d'aération ;
- un décanteur (secondaire) dans lequel s'effectue la clarification des eaux et l'épaississement de la biomasse ;
- un dispositif de recyclage qui permet de soutirer les boues en excès au bas du décanteur et d'en renvoyer une partie vers le bassin d'aération. Les boues en excès sont envoyées vers un épaisseur.

Le traitement tertiaire a pour but d'affiner l'épuration selon les qualités exigées pour l'eau rejetée. Les traitements tertiaires les plus courants sont la nitrification-dénitrification et la déphosphatation. Dans ces deux cas, il s'agit également de procédés biologiques qui produisent des **boues** dites **tertiaires**. Dans certains cas, le traitement tertiaire a lieu au sein du réacteur biologique secondaire (par un séquençage dans le temps) et les boues secondaires et tertiaires sont confondues.

Jusqu'à ces dernières années, la majorité des stations ne comportaient pas de traitement tertiaire. Il est devenu habituel de parler de **boues mixtes** en référence au mélange des boues primaires et secondaires qui est effectué avant le traitement des boues proprement dit.

Le pré-traitement et les traitements primaire, secondaire et tertiaire correspondent à des coûts et des taux d'épuration croissants.

## 2.2. La filière boue

À côté des traitements ciblés sur l'épuration de l'eau, la **filière boue** reprend les opérations concernant spécifiquement les boues. En pied de décanteur, les boues contiennent encore une forte proportion d'eau, plus de 95% pour les boues primaires et plus de 99% pour les boues secondaires (Ben-Aïm, 2000). Les différentes étapes du traitement des boues ont pour but leur stabilisation et leur concentration par déshydratation. Ces opérations se situent en amont du séchage et sont importantes car elles déterminent la qualité des boues (taux de matières sèches, propriétés rhéologiques, consistance, pelletabilité,...).



### 2.2.1. La stabilisation

La stabilisation, qui n'est pas effectuée de manière systématique, a pour but d'éviter une reprise de la fermentation des boues qui entraînerait des nuisances olfactives. Dans le même temps, le taux d'agents pathogènes est réduit dans des proportions qui varient selon le type de traitement. On distingue les stabilisations biologique, chimique et thermique. La stabilisation biologique peut être atteinte par méthanisation (digestion anaérobie mésophile), stabilisation aérobie thermophile ou compostage. Le traitement chimique peut s'effectuer par un chaulage ou une stabilisation aux nitrites. Le séchage (siccité supérieure à 90%) quant à lui constitue une forme de stabilisation thermique (Apeša, 2000).

### 2.2.2. Conditionnement et déshydratation des boues

Les boues soutirées en pied de décanteurs subissent deux opérations successives de concentration : l'épaississement et la déshydratation. L'épaississement est une opération complémentaire optionnelle de décantation qui permet de concentrer les boues liquides de 3 à 10 fois selon le procédé et la nature de départ de la boue. L'étape de déshydratation mécanique permet de donner une consistance plus solide à la boue en atteignant des siccités variant de 15 à 40%. Telle quelle, la boue peut être difficilement déshydratée (et parfois épaissie) et doit être conditionnée pour améliorer sa traitabilité. En effet, les matières organiques qui constituent la boue ont un caractère hydrophile marqué et font de la boue un système colloïdal stable dont l'eau interstitielle est fortement liée. Il est nécessaire de rompre cette stabilité colloïdale afin de libérer l'eau et permettre la déshydratation mécanique. On regroupe sous le terme **conditionnement** les différentes opérations permettant la rupture de la structure colloïdale. Les techniques les plus utilisées sont le conditionnement thermique et le conditionnement chimique. Le conditionnement thermique est surtout mis en œuvre dans des grandes stations munies de digesteurs et n'est évoqué qu'à titre indicatif. Il consiste à traiter les boues par cuisson. Lorsque la boue atteint une température suffisante (160 à 210°C), il se produit une transformation irréversible de sa structure qui libère une grande partie de l'eau liée.

#### 2.2.2.1. Conditionnement chimique

Le conditionnement chimique utilise des réactifs minéraux (électrolytes minéraux à polycations) ou organiques (polymères) dont l'ajout de manière contrôlée (dosage et mélange) provoque la coagulation et/ou la floculation de la suspension. Il en résulte une agglomération des particules sous la forme d'un réseau tridimensionnel : les floes. La structure de ces floes dépend fortement du type de réactif utilisé. Les réactifs minéraux (sels de fer, sels d'aluminium, chaux,...) donnent des floes relativement fins et stables. Ce type de floe est adapté pour la filtration sous forte pression et sous vide, qui emploient une toile au maillage fin. Les polymères organiques quant à eux conduisent à des floes volumineux (plusieurs millimètres), plus fragiles, et adaptés pour la centrifugation ou la filtration sur filtre à bandes dont les mailles sont larges. L'usage de ces polyélectrolytes de synthèse se généralise même pour la filtration sous pression (Lotito et al., 1990). Les polymères utilisés en pratique sont généralement de type

cationique car les particules constitutives de la boue sont majoritairement chargées négativement en surface. Les produits commercialisés se présentent sous forme liquide ou solide. Leur utilisation nécessite une étape de dilution très importante afin de favoriser le mélange au moment de l'injection dans la boue. Les poudres ont un prix inférieur aux liquides mais demandent une unité de préparation plus onéreuse. Le coût des réactifs pour le conditionnement d'une tonne de matières sèches se situe respectivement entre 24 et 39 €, et entre 18 et 23 € selon que le réactif est minéral ou de type polymère de synthèse.

### 2.2.2.2. *Techniques de déshydratation : centrifugation et filtration*

#### 2.2.2.2.1. **La centrifugation**

La centrifugation sépare l'eau de la boue sous l'effet d'une accélération de plusieurs milliers de g. Les centrifugeuses sont constituées d'un bol tournant à grande vitesse et d'une vis racleuse hélicoïdale coaxiale au bol qui permet l'extraction des boues déshydratées en continu. L'alimentation peut être centrale ou tangentielle. La circulation de la suspension et de la boue déshydratée peut s'effectuer à co- ou contre-courant. D'autres variables de type constructif (géométrie du bol, rapport longueur/diamètre, angle de conicité,...) peuvent également distinguer les différentes machines commercialisées. Le diamètre du bol se situe généralement entre 0.3 et 1 m. Les avantages et inconvénients de la technique sont repris dans le Tableau I.2.

**Tableau I.2 : Avantages et inconvénients de la centrifugation**

AVANTAGES	INCONVÉNIENTS
- Technique bien adaptée aux boues difficiles à traiter (boues huileuses)	- Faible consistance de la boue déshydratée
- Compacité de l'équipement	- Nécessité de dessabler pour éviter l'usure de la vis d'extraction
- Coût d'investissement compétitif par rapport à la filtration	- Frais d'exploitation supérieurs à ceux d'un filtre à bandes ou filtre-presse.
- Permet de travailler en milieu confiné, sans odeur	

#### 2.2.2.2.2. **La filtration**

La filtration peut être menée sous vide ou sous pression. Dans le premier cas, les filtres sont des tambours rotatifs ouverts. Dans le second cas, la filtration peut être menée dans un filtre à bandes ou un filtre à plateaux.

##### *La filtration sous vide*

Le système de filtration est constitué de cylindres rotatifs dont la partie inférieure est immergée dans la suspension de boue. Le filtrat traverse les toiles qui recouvrent le cylindre et un gâteau se forme à la surface de la toile. Ce gâteau est égoutté au cours de la rotation puis décollé de la toile qui doit être régulièrement nettoyée, nécessitant l'arrêt de la filtration. Parmi les différentes déclinaisons du

procédé, le filtre à sortie de toile est celui qui permet d'atteindre les meilleures performances grâce à un lavage en continu des toiles filtrantes. Les tambours des filtres industriels développent une surface se situant entre 10 et 60 m<sup>2</sup>, pour un diamètre et une longueur allant respectivement jusqu'à 3.5 et 6 m. La filtration sous vide constituait le procédé traditionnel de déshydratation mais est en recul actuellement au profit de la filtration sous pression ou de la centrifugation. Diverses raisons expliquent l'abandon progressif de la technique : encombrement important, frais d'exploitation élevés, productivité moyenne comme mentionné dans le Tableau I.3.

**Tableau I.3 : Avantages et inconvénients de la filtration sous vide**

AVANTAGES	INCONVÉNIENTS
- Fonctionnement parfaitement maîtrisé	- Encombrement important
- Souplesse de fonctionnement	- Frais d'exploitation élevés
	- Productivité moyenne

### ***La filtration sous pression***

Dans les filtres 'à bandes', la suspension floculée est injectée directement sur la toile filtrante. Une période d'égouttage gravitaire précède généralement l'étape de compression puis de cisaillement de la boue. La pression est exercée par des rouleaux, soit directement, soit par l'intermédiaire d'une bande presseuse. Le procédé peut être mené à basse (400 kPa), moyenne (500 kPa) ou haute pression (700 kPa). Les filtres à basse et moyenne pression sont le plus couramment utilisés, particulièrement dans les petites et moyennes stations qui valorisent les boues en agriculture. Les avantages et inconvénients de la technique sont repris dans le Tableau I.4.

**Tableau I.4 : Avantages et inconvénients des filtres à bandes presseuses**

AVANTAGES	INCONVÉNIENTS
- Robustesse, simplicité de construction et de conduite des appareillages	- Grande consommation d'eau propre pour le lavage des toiles
- Procédé continu	- Coût d'investissements élevé pour les filtres les plus performants
- Frais d'exploitation très faibles	- Siccités plus faibles que pour le filtre-presse

Dans les filtres-presses, la boue est comprimée entre deux plateaux creux recouverts d'une toile métallique en acier ou en tissu synthétique à une pression se situant typiquement entre 500 et 1500 kPa. Les plateaux sont de forme carrée dont la dimension du côté varie de 0.3 à 1.5 m. Un filtre classique est constitué d'un assemblage de 100 à 120 couples de plateaux, appelés chambres pour une surface totale de filtration de 400 à 450 m<sup>2</sup>. Des membranes gonflables à l'air ou à l'eau peuvent être ajoutées afin d'augmenter la compression dans les chambres de filtration. Cette technique permet d'atteindre des siccités plus grandes que les filtres bandes mais opère en discontinu car il nécessite un 'débâtissage' des gâteaux de filtration après chaque cycle (cf. Tableau I.5). Les toiles doivent également être régulièrement nettoyées.

Cependant, dans les nouvelles versions, le débâtissage et le rebâtissage sont automatisés, permettant la réduction des temps morts.

**Tableau I.5 : Avantages et inconvénients des filtres-presses**

AVANTAGES	INCONVÉNIENTS
- Siccité élevée	- Fonctionnement discontinu
- Solidité	- Main d'œuvre importante (sauf pour les versions modernes)
- Grande fiabilité	

Comme illustré dans les Tableaux I.2 à I.5, chaque technique de déshydratation possède ses caractéristiques propres, tant avantageuses que désavantageuses. Le choix vers l'un des procédés repose généralement sur des exigences de siccité finale figurant dans le cahier des charges, tout en tenant compte des coûts d'investissement et d'exploitation. Le type de boue et les quantités à traiter peuvent également orienter le choix final. Des essais en laboratoire sont souvent nécessaires afin de déterminer la meilleure stratégie de conditionnement et d'estimer la siccité finale qui pourra être atteinte. Le Tableau I.6 compare l'efficacité moyenne des différentes techniques (siccité finale, productivité) et fournit les valeurs des dosages en floculant pour des boues mixtes contenant 4 à 5% de matières sèches.

Une fois déshydratées, les boues vont être éliminées ou valorisées selon différentes filières détaillées dans le paragraphe 3.2.

**Tableau I.6 : Comparaison des dosages de floculant, de la productivité et de la siccité finale obtenue lors de la déshydratation mécanique par centrifugation, filtre sous vide, filtre à bandes et filtre-presse (OTV, 1997 )**

	DOSAGE FLOCULANT	SICCITÉ FINALE	PRODUCTIVITÉ
	kg/t MS : Polymère %/MS : Réactif minéral		
CENTRIFUGATION	5 à 8 kg/t MS	25 à 30%	500 kg MS/h
	3 à 5 kg/t MS	20 à 26%	
FILTRE SOUS VIDE	6 à 10% FeCl <sub>3</sub> et 20 à 30% Ca(OH) <sub>2</sub>	22 à 26%	25 à 35 kg MS/m <sup>2</sup> h
FILTRE À BANDES	4 kg/t MS	18 à 26% selon la pression des bandes	250 à 300 kg MS/(h.m de largeur de bande)
	3 à 5 kg/t MS	23 à 27%	
FILTRE-PRESSE	6 kg/t MS ou 5% FeCl <sub>3</sub>	31 à 42%	1.75 à 2.25 kg/ MS m <sup>2</sup> h
	6 à 10% FeCl <sub>3</sub> et 20 à 30% Ca(OH) <sub>2</sub>	39 à 45%	

### 3. La problématique des boues

#### 3.1. Aspects législatifs

L'épuration des eaux usées se situe au cœur des préoccupations de l'Union Européenne. Différentes directives doivent amener les États membres à renforcer la collecte (réseaux d'égouttage) et le traitement des eaux usées. Ceci va impliquer une croissance de la quantité des boues produites. La directive 91/271-CEE du 21 mai 1991 (Conseil de l'Union Européenne, 1991) impose que les eaux résiduaires de toute agglomération de 2000 habitants et plus soient collectées et traitées. Les dates limites d'application dépendent de la taille de l'agglomération et de la sensibilité du milieu récepteur (Figure I.2).

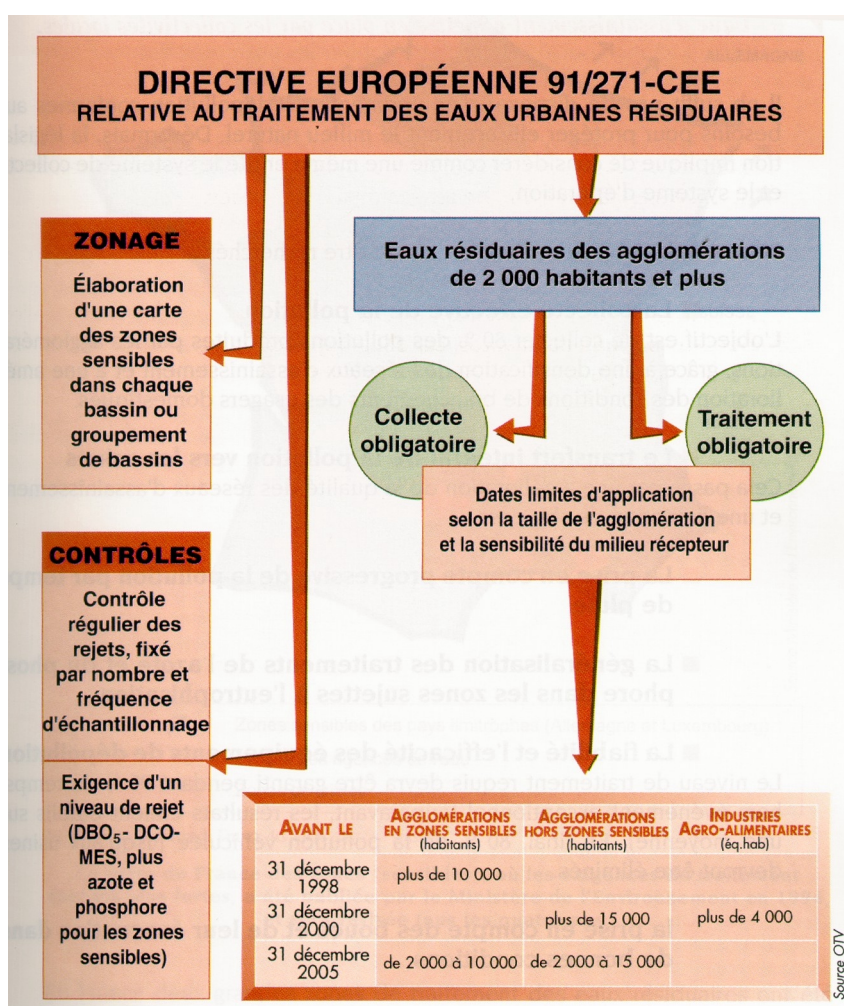


Figure I.2 : Exigences de la directive 91/271 de l'UE (OTV, 1997).

Au niveau européen, on estime que la production devrait passer de 7 millions de tonnes de MS/an à 15-20 millions de tonnes de MS/an d'ici 2005 (OTV, 1997) dans le cas où chaque pays appliquerait les directives dans les délais prévus. Cette augmentation résulte de trois facteurs :

- l'augmentation du taux de collecte et de traitement des eaux usées ;
- l'augmentation du rendement d'épuration des stations ;
- le développement de traitements tertiaires (déphosphatation, dénitrification) engendrant 15 à 20% de boues supplémentaires.

Il semble cependant que tous les pays n'aient pas rencontré les exigences européennes, notamment les états de la zone méditerranéenne qui ont un retard considérable sur des nations à la pointe telles que l'Allemagne ou le Danemark. En ce qui concerne la Région Wallonne, il est déjà établi qu'elle n'atteindra les objectifs de la directive. Le plan wallon des déchets à l'horizon 2010 (Gouvernement Wallon, 1998) prévoit une augmentation de la production d'environ 60% entre 2000 et 2010 (Tableau I.7) :

**Tableau I.7 : Prévision de la production de boues en Région Wallonne selon le plan wallon des déchets**

ANNÉE	1995	2000	2005	2010
PRODUCTION (t MS)	14 350	20 000	25 000	32 000

La gestion des boues en aval de la station d'épuration relève d'une directive générale de l'Union Européenne visant à limiter les quantités mises en décharge (Conseil de l'Union Européenne, 1999). Cette directive a notamment pour but d'encourager la valorisation, le tri et le recyclage des déchets et de lutter contre le réchauffement de l'atmosphère en diminuant la production de méthane dans les décharges, grâce à la réduction de l'enfouissement de déchets biodégradables et à l'obligation d'introduire un contrôle des gaz de décharge. En outre, les déchets doivent subir un traitement physique, thermique, chimique ou biologique de manière à en réduire le volume ou le caractère dangereux, à en faciliter la manipulation ou à en favoriser la valorisation. Les boues font partie de la catégorie des déchets municipaux biodégradables pour lesquels une planification de réduction a été établie jusque 2016 avec comme référence les quantités mises en décharges en 1995. L'objectif est d'atteindre une réduction de 25% en 2006, 50% en 2009 pour atteindre 65% en 2016.

### **3.2. Filières d'élimination-valorisation**

Au niveau européen, les principales filières de gestion des boues sont la valorisation en agriculture, la mise en décharge et l'oxydation thermique par incinération ou par voie humide. Le rejet en mer est interdit depuis 1998. Les boues sont également utilisées dans de moindres quantités comme combustible pour les cimenteries et les briqueteries (Gross, 1993) ou sont épandues sur des sols non agricoles (essais en zones forestières). La répartition moyenne entre les trois filières principales diffère quelque peu selon les sources et l'année considérée, comme indiqué dans le

Tableau I.8. Cette répartition résulte de comportements qui peuvent être extrêmement différents entre pays de l'Union Européenne comme illustré dans le Tableau I.9.

**Tableau I.8 : Importance des filières de valorisation des boues au niveau européen**

VALORISATION AGRICOLE	MISE EN DÉCHARGE	INCINÉRATION	REJET EN MER	
40%	38%	11%	-	(ADEME et al., 1999)
50-55%	30%	15-20%	-	(Apepa, 2000)
39.5%	40.2%	10.6%	9.7%	(OTV, 1997) Données décennie 1990

En Région Wallonne, l'épandage et la mise en décharge sont les solutions adoptées par les exploitants de stations, avec une prédominance de la première filière jusqu'en 1999 (Figure I.3). En région Flamande, la situation est différente dans le sens où l'épandage a été rendu quasi impraticable en raison d'une surabondance de l'épandage de déjections animales.

**Tableau I.9 : Filières d'élimination des boues adoptées par la Belgique (Wallonie et Flandre), le Danemark, la France, l'Italie et la Grèce, (ADEME et al., 1999)**

	VALORISATION AGRICOLE	MISE EN DÉCHARGE	INCINÉRATION	REJET EN MER
BELGIQUE (WALLONIE)	90%	10%	-	-
BELGIQUE (FLANDRE)	20%	60%	20%	-
DANEMARK	67%	13%	20%	-
FRANCE	60%	25%	15%	-
ITALIE	18%	81%	1%	-
GRÈCE	10%	90%	-	-

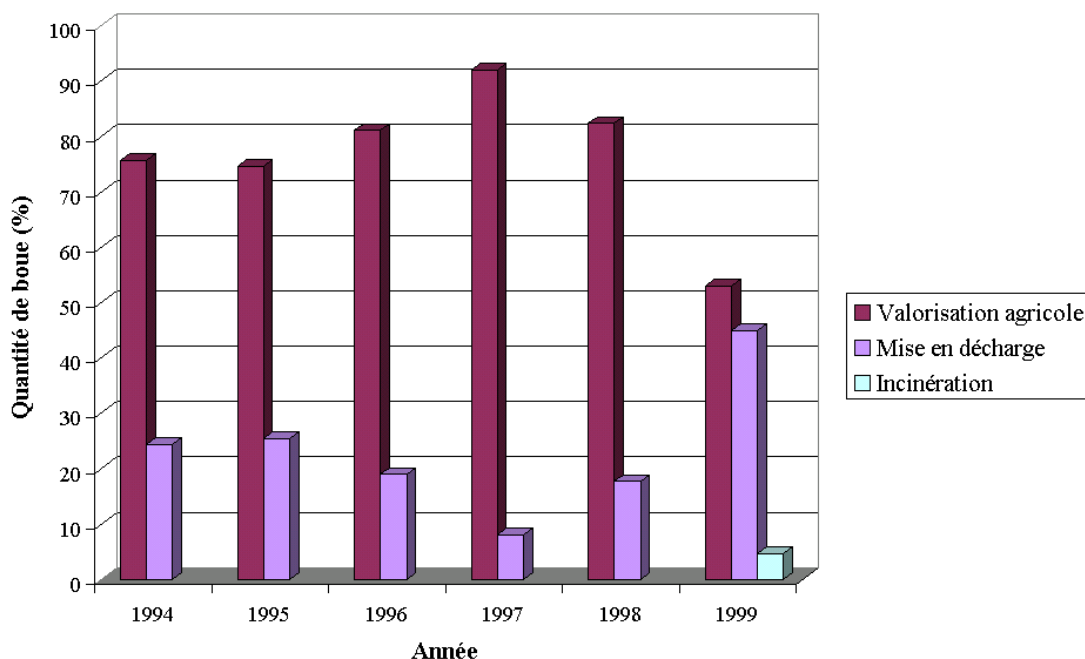


Figure I.3 : Filières d'élimination des boues en Région Wallonne (DGRNE, 1999).

Suite à la politique de l'Union Européenne en matière d'enfouissement de déchets urbains municipaux, la mise en décharge des boues devra être abandonnée au profit de voies d'élimination écologiquement et économiquement durables. À moyen terme, il semble donc que la valorisation agricole et la valorisation énergétique (incinération et oxydation par voie humide) soient les deux voies qui subsisteront. De nouvelles pistes sont également explorées. Parmi celles-ci, citons la gazéification des boues séchées. Certaines usines fonctionnent déjà sur base de procédés développés initialement pour la gazéification du charbon. L'usine de Schwarze Pumpe (Allemagne) par exemple, traite des boues dans de gros réacteurs à lit fixe de type Lurgi (Mosnier, 2000). Une grande partie du gaz de synthèse produit ( $H_2$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ , impuretés) est transformée en méthanol par réaction entre le dioxyde de carbone et l'hydrogène et entre le monoxyde de carbone et l'hydrogène, en présence d'un catalyseur au cuivre ; le méthanol étant utilisé comme carburant pour autobus. La tendance actuelle est donc de parler de valorisation et non d'élimination.

### 3.2.1. La valorisation agricole

De par leurs teneurs en éléments minéraux et organiques, les boues peuvent être utilisées comme substituts d'engrais en agriculture. Il s'agit de distinguer la valeur humique des boues de leur valeur fertilisante. La première est représentée par le taux de matières organiques ne subissant pas de minéralisation, la seconde par l'apport en azote, phosphore, potassium, calcium, magnésium et certains oligo-éléments. Le rapport C/N définit le potentiel de minéralisation. Plus celui-ci est faible, plus la minéralisation est rapide. Le Tableau I.10 reprend les teneurs moyennes caractéristiques des éléments fertilisants, exprimées sur base sèche.



L'azote est un élément essentiel à la croissance végétale. Les rendements de production sont très sensibles tant à un défaut qu'à un excès d'azote. La teneur en azote des boues constitue généralement le facteur limitant de leur valorisation en agriculture (Agence Nationale pour la récupération et l'élimination des déchets, 1988).

Pour des raisons évidentes de sécurité alimentaire, la législation européenne impose le respect d'un cahier des charges strict (Conseil de l'Union Européenne, 1986). Les différents points concernent notamment la qualité des boues, la nature des sols et leur localisation, ainsi que les quantités épandables et les périodes d'épandage.

**Tableau I.10 : Teneur moyenne en éléments fertilisants dans les boues d'épuration, en % de MS (Agence Nationale pour la récupération et l'élimination des déchets, 1988)**

AZOTE TOTAL (exprimé en N)	1 à 8%
PHOSPHORE (exprimé en P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	2 à 7%
SOUFRE (exprimé en S)	0.8 à 1.5%
CALCIUM (exprimé en CaO)	2 à 8% 10 à 30% si chaulage des boues
MAGNÉSIUM (exprimé en Mg)	0.3 à 1%
POTASSIUM (exprimé en K <sub>2</sub> O)	< 1%
SODIUM (exprimé en Na)	< 1%

### 3.2.1.1. *Qualité des boues*

On distingue trois familles d'éléments ou composés pouvant altérer la qualité des boues destinées à l'épandage :

- Les éléments traces métalliques et plus particulièrement les métaux lourds (Cd, Hg, Pb). Certains de ces métaux se classent dans la catégorie des oligo-éléments (Zn, Cu) et sont utiles à la croissance végétale. Cependant, en teneurs trop élevées, ils deviennent toxiques. Quant aux métaux lourds, les risques pour la santé sont aujourd'hui bien connus. Les teneurs admises sont précisées dans les textes réglementaires.
- Les polluants organiques : pesticides, détergents, PCB, HAP. Sauf cas particulier (pollution, accident), les teneurs couramment observées restent faibles.
- Les micro-organismes pathogènes : bactéries, parasites, virus, champignons.

D'un point de vue épidémiologique, les seuls risques majeurs pour l'homme et les animaux sont la présence de salmonelles ou d'œufs de ténia. Pour faire face à ces risques sanitaires (ainsi qu'aux nuisances olfactives), les directives imposent un traitement afin de réduire le pouvoir fermentescible des boues et de les hygiéniser.

### **3.2.1.2. Nature et localisation des sols**

Les quantités de boue épandues sont déterminées en fonction de leur composition et de celle du sol. La proximité de nappes phréatiques, sources ou rivières est bien entendu envisagée avant tout épandage. Des distances minimales par rapport à ces zones sensibles sont exigées. En outre, l'épandage n'est pas permis en cas de gel, de fortes pluies ou sur des sols saturés d'eau pour éviter tout ruissellement ou percolation rapide vers des nappes.

### **3.2.2. La valorisation énergétique**

#### **3.2.2.1. L'incinération**

L'incinération des boues doit permettre l'oxydation complète de leur fraction organique, à 800-900°C, en atmosphère oxydante (excès d'air). Différentes mises en œuvre sont possibles.

- Incinération dans un four spécifique

Cette solution est adoptée par des stations qui produisent de grandes quantités de boue mais peut aussi être le résultat d'une association de plusieurs stations d'épuration qui valorisent leurs boues conjointement.

- Co-incinération avec ordures ménagères

Cette option est envisagée lorsque le volume de boue ne justifie pas la construction d'un four et qu'un incinérateur ménager est situé à proximité (Surh, 2002). La capacité thermique du four doit être telle qu'elle permet l'introduction de boues. La boue sous forme pâteuse (15 à 30% MS) est plutôt considérée comme un fluide de refroidissement alors qu'une boue de teneur en matières sèches supérieure à 60% possède un pouvoir calorifique inférieur proche des ordures et fait office de combustible.

#### **3.2.2.2. Oxydation par voie humide (OVH)**

Les boues épaissies (3 à 4% MS) sont éliminées par oxydation à chaud (220-230°C) en présence d'air ou d'oxygène pur, sous pression (4000 à 13000 kPa) et en milieu humide. Après traitement on obtient les sous-produits inertes suivants :

- un résidu minéral à 97% pouvant être recyclé dans les bétons ou la fabrication de tuiles ;
- une solution aqueuse (5 à 10 g/l DCO) réinjectée en tête de station ;
- des gaz résiduels ne nécessitant aucun traitement complexe avant rejet.

L'oxydation par voie humide a été validée à l'échelle pilote et sur quelques installations à grandeur réelle. Cette technique pourrait constituer une alternative à l'incinération pour un coût global de traitement généralement inférieur (OTV, 1997).

Cependant, des difficultés technologiques liées à la corrosion, à la précipitation de sels inorganiques et au travail sous pression retardent son développement industriel.

Une version supercritique du procédé existe également, qui se distingue par des pressions ( $> 21800$  kPa) et températures ( $374^{\circ}\text{C}$ ) plus élevées ainsi que des problèmes de corrosion encore plus aigus.

### **3.2.2.3. Thermolyse**

La thermolyse ou pyrolyse des boues ( $> 85\%$  MS) est obtenue en l'absence d'air ( $\text{O}_2 < 2\%$ ), à moyenne ( $400\text{-}500^{\circ}\text{C}$ ) ou haute ( $500\text{-}700^{\circ}\text{C}$ ) température. Cette distillation thermique nécessite un apport externe d'énergie et produit du gaz et du coke. Les gaz de pyrolyse (PCI de  $10$  à  $20$  MJ/Nm<sup>3</sup>) sont en général brûlés et fournissent une part de l'énergie requise par les processus endothermiques (Antonini, 2000). Quant au coke il peut être utilisé comme combustible secondaire. En fonction de la composition initiale des boues, une épuration du coke peut s'avérer nécessaire. En effet la charge polluante (métaux lourds, chlore,...) se retrouve alors concentrée dans le coke.

### **3.2.2.4. Gazéification**

La gazéification vise la conversion totale de la charge organique en gaz combustible. Le carbone est gazéifié par la réaction de Boudouard et/ou par la réaction de gaz à l'eau pour donner d'une part un gaz combustible et un résidu inerte d'autre part. La conversion est réalisée en défaut d'air global par combustion de la boue ( $> 85\%$  MS) à l'air, à l'air enrichi ou à l'oxygène. De la vapeur d'eau est parfois additionnée à l'agent gazéifiant. Les températures s'élèvent à  $900\text{-}1100^{\circ}\text{C}$  en cas d'utilisation d'air et à  $1000\text{-}1400^{\circ}\text{C}$  lors de l'emploi d'oxygène. La gazéification à l'air fournit un gaz pauvre (PCI de  $4$  à  $7$  MJ/Nm<sup>3</sup>), tandis que l'utilisation d'oxygène conduit à la production d'un gaz plus riche (PCI de  $10$  à  $20$  MJ/Nm<sup>3</sup>) par suppression du ballast d'azote (Antonini, 2000).

## **3.3. Quelle place pour le séchage dans les filières de valorisation ?**

Une opération de séchage des boues après déshydratation mécanique présente différents atouts tant en amont de la valorisation agricole que de l'incinération. La siccité visée par le séchage dépend de l'application. En épandage, on a tendance à pousser le séchage à son terme, alors qu'un séchage partiel est parfois recherché pour l'incinération.

### **3.3.1. Séchage et épandage**

Une opération de séchage avant épandage présente de nombreux intérêts et permet notamment de rencontrer les exigences européennes en matière d'hygiénisation et de stabilisation. Ces intérêts sont les suivants :

- Diminution du volume et de la masse par élimination de l'eau. Ces réductions influencent directement les frais de stockage, de transport et de manutention. Les boues granulées, en particulier, ne nécessitent pas de maintenance particulière durant le stockage.
  - Concentration des éléments nutritifs au sein du solide sec.
  - Stabilisation (réduction du pouvoir fermentescible), réduction des odeurs lorsque la siccité est supérieure à 90%. À ces siccités, la faible activité de l'eau inhibe tout développement bactérien.
  - Hygiénisation par destruction des micro-organismes pathogènes si la température est suffisamment haute (30 min à 70°C suffisent). Le séchage rencontre dans ce sens les directives européennes.
  - Passage d'une texture pâteuse à une texture solide qui facilite l'épandage.

### 3.3.2. Séchage et valorisation énergétique

L'oxydation par voie humide mise à part, tous les procédés de valorisation énergétique utilisent de la boue partiellement ou complètement séchée. L'intérêt principal du séchage est l'augmentation du pouvoir calorifique. En effet, le PCI d'une boue déshydratée à 20% MS est voisin de 1.25 MJ/kg alors que celui d'une boue séchée à 90% MS se situe entre 14.5 et 16.8 MJ/kg.

Un séchage partiel jusqu'à des siccités comprises entre 30 et 45% permet d'obtenir l'auto-combustibilité des boues et trouve son application avant incinération dans un four spécifique. Un séchage mené de manière à atteindre 60 à 90% de matières sèches permet d'élever le PCI des boues au niveau de celui des ordures ménagères ( $\cong 8400$  kJ/kg), ce qui est intéressant pour la co-incinération. De cette façon, l'introduction de boues séchées ne perturbe pas le fonctionnement du four. En ce qui concerne la pyrolyse ou la gazéification, le pré-séchage de la boue ( $\geq 85\%$  MS) est généralement intégré au procédé et est obtenu dans un sécheur en amont.

Lorsqu'elle est possible, une intégration énergétique permet de diminuer le coût global de la filière de valorisation. Le biogaz de méthanisation (stations équipées de digesteurs) ou le gaz de synthèse obtenu par pyrolyse ou gazéification peuvent servir à alimenter le brûleur du sécheur. La chaleur dégagée lors de la condensation des gaz humides sortant du sécheur peut servir à préchauffer l'eau. Une partie de l'énergie contenue dans les fumées de l'incinérateur peut servir à préchauffer l'air qui alimente le sécheur. Le procédé de pyrolyse DTV de TRAIDEC (Dissociation Thermique et Valorisation) valorise intégralement le contenu énergétique des boues. L'énergie des gaz de thermolyse est récupérée dans un générateur de vapeur. Cette vapeur couvre les besoins énergétiques d'un sécheur portant la boue de 20 à 85% de siccité. Un appoint en combustible n'est nécessaire que lors des phases d'arrêt et de démarrage (Chambe, 2000).

Quelle que soit la filière de valorisation, l'étape de séchage en aval de la déshydratation présente des avantages certains et est même le plus souvent indispensable. Compte tenu des quantités croissantes de boues à gérer dans le futur, la conception rationnelle des unités de séchage et le choix des conditions de traitement

adaptées à chaque type de boue deviendront des étapes essentielles au développement de filière de traitement optimales. C'est loin d'être le cas actuellement. Une meilleure compréhension du procédé est indispensable et passe nécessairement par la recherche scientifique.

## 4. État des connaissances

### 4.1. Le séchage thermique des boues : technologie et mise en œuvre

La technologie du séchage des boues de station d'épuration a été développée en Europe, pour lui-même ou en préalable à une incinération. La conception des séchoirs à boues s'inspire en fait des nombreux procédés qui existaient dans d'autres domaines comme l'industrie agroalimentaire, le textile,...

Les procédés se divisent en deux grands types : les sécheurs directs (ou séchage convectif) et indirects. Dans les premiers, la boue est mise en contact direct avec la source de chaleur qui peut être de l'air chaud ou de la vapeur surchauffée. Dans les seconds, la boue est séparée de la source de chaleur qui est constituée de parois chauffées par un fluide caloporteur. Il existe également des procédés pour lesquels les étapes de séchage et d'incinération se produisent successivement au sein du même appareil. Comme illustré plus loin, dans la plupart des procédés, la boue se trouve dans un **état dispersé** suite à un émiettage, une granulation ou une extrusion,.

#### 4.1.1. Les sécheurs directs

Les différents types de sécheurs directs se distinguent par la manière dont l'agent séchant est mis en contact avec la boue. Ils sont surtout utilisés pour obtenir un séchage quasi total. La technologie a l'avantage d'être simple. Cependant, les équipements périphériques peuvent être sophistiqués et volumineux : traitement des gaz, séparation gaz-solide,...(Carrère-Gée, 1999).

##### 4.1.1.1. Le sécheur rotatif (ou à tambour)

Le sécheur (Figure I.4) est constitué d'un long cylindre rotatif horizontal ou légèrement incliné pour faciliter le déplacement du solide (1 à 2.5 m de diamètre et une dizaine de mètres de longueur). Il peut fonctionner à co-ou contre-courant.

Un système d'**extrusion** ou de **granulation** divise le solide à l'entrée. L'air chaud circule à la surface de la boue pendant que le sécheur est en rotation. L'intérieur du tambour est muni d'organes divers assurant le brassage et la progression du solide dans le four. Il peut s'agir d'un jeu d'ailerons, de fléaux et de palettes ou de chicanes, ou bien encore d'un rotor interne qui malaxe la boue.

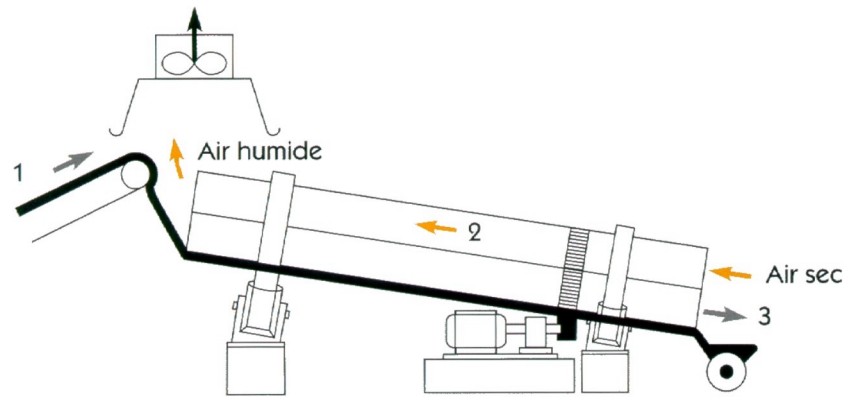


Figure I.4 : Tambour rotatif de type direct – 1. Entrée du produit humide ;  
2. Léchage d'air chaud ; 3. Sortie du produit sec (ADEME et al., 2000).

#### 4.1.1.2. Le sécheur pneumatique, dit sécheur flash

L'agent séchant assure à la fois l'apport en énergie et le transport de la boue. La forme la plus simple de ce type de sécheur est un tube vertical dans lequel la boue **granulée** est séchée en étant maintenue en suspension dans l'air chaud (Figure I.5). Le séchage est donc effectué à co-courant. Si les particules de boue ont tendance à adhérer aux parois du sécheur ou sont trop pâteuses, une partie du solide sec est recyclée à l'entrée et mélangée au produit humide pour améliorer les caractéristiques de séchage de celui-ci. La séparation du solide sec et du mélange air/vapeur à la sortie du sécheur est assurée par des cyclones ou des filtres à manches.

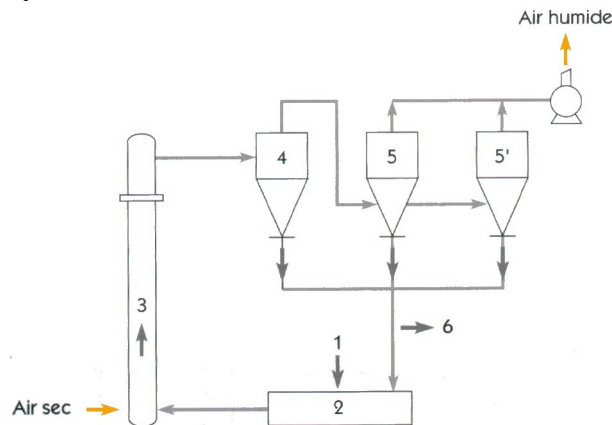


Figure I.5 : Sécheur flash – 1. Entrée du produit humide ; 2. Mélange du produit humide et du produit sec ; 3. Zone d'entraînement du produit ; 4. Cyclone ; 5. et 5'. Filtres ;  
6. Sortie du produit sec (ADEME et al., 2000).

Dans certaines applications qui utilisent de la vapeur surchauffée sous pression, la vapeur et le solide en suspension circulent à l'intérieur des tubes d'un échangeur de chaleur. Côté calandre on trouve de l'air chaud ou de l'huile. Au cours du séchage, l'eau vaporisée augmente la quantité de vapeur servant au transport et diminue l'état de surchauffe de celle-ci jusqu'à atteindre des conditions proches de la saturation.

Certains sécheurs rotatifs fonctionnent également en ‘mode pneumatique’. Dans ce cas, le tambour est garni de diaphragmes verticaux contenant un orifice central et de plaques longitudinales entre les diaphragmes. Ces dernières soulèvent la boue quand le tambour est en rotation et c’est l’agent séchant qui assure le transport des granules le long du sécheur.

#### 4.1.1.3. Le convoyeur à bande

Après une opération de **granulation** qui permet d’augmenter la surface exposée à l’air chaud, la boue est distribuée sur une bande métallique perforée. Cette bande passe au travers de différentes chambres de séchage dans lesquelles de l’air chaud circule à courant parallèle (Figure I.6) ou à courant croisé. L’agent séchant peut être produit par combustion (gaz naturel, biogaz) ou par passage dans des échangeurs de chaleur. Selon les chambres, la vitesse, la température et le taux de recirculation de l’agent séchant peuvent être modulés afin d’assurer un séchage optimum. Dans certaines configurations, la bande effectue plusieurs trajets dans les chambres.

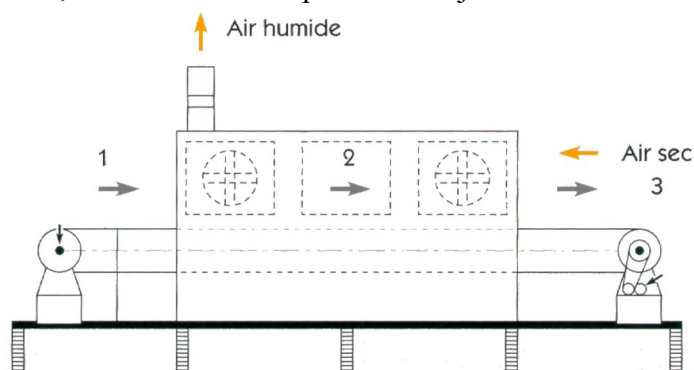


Figure I.6 : Sécheur à bande à courant parallèle – 1. Entrée du produit humide ; 2. Produit en défilement ; 3. Sortie du produit sec (ADEME et al., 2000).

#### 4.1.2. Les sécheurs indirects

Le transfert de chaleur peut s’effectuer par conduction ou rayonnement, selon les positions relatives du solide et des surfaces chaudes. Contrairement aux sécheurs directs, l’enceinte de séchage est sophistiquée alors que les périphériques sont plus simples.

##### 4.1.2.1. Les sécheur rotatifs

Le sécheur agité à vis ou à palettes (Figure I.7) et le sécheur à couche mince (Figure I.8) sont qualifiés de sécheurs rotatifs.

Les sécheurs agités sont constitués d’un cylindre horizontal comportant un rotor creux qui est chauffé de manière interne par un fluide thermique ou des gaz chauds. En surface, le rotor est muni d’éléments concentriques (ailettes, tubes, disques creux et palettes), qui assurent le transfert de chaleur vers le produit. Dans le cas des sécheurs à vis, l’arbre muni de palettes est remplacé par une ou deux vis en rotation.

Dans les sècheurs à couche mince, le rotor n'est pas chauffé mais est muni d'éléments qui vont **morceler** et projeter la boue sur la surface interne du sécheur qui est chauffée.

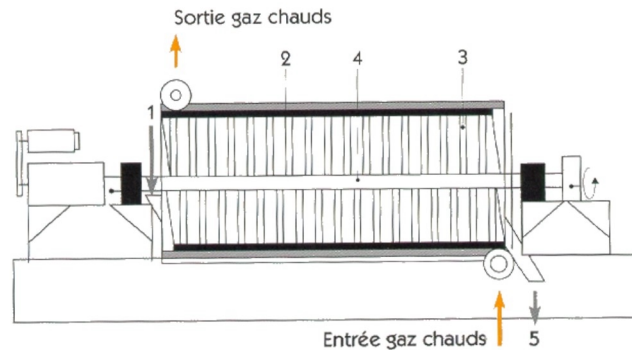


Figure I.7 : Sécheur à vis – 1. Entrée du produit humide ; 2. Double enveloppe ; 3. Palette ; 4. Arbre creux ; 5. Sortie du produit sec (ADEME et al., 2000).

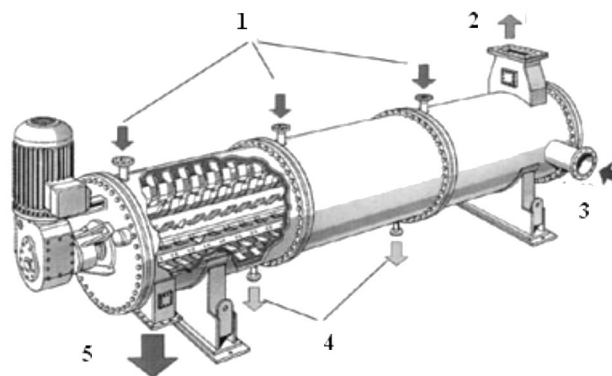
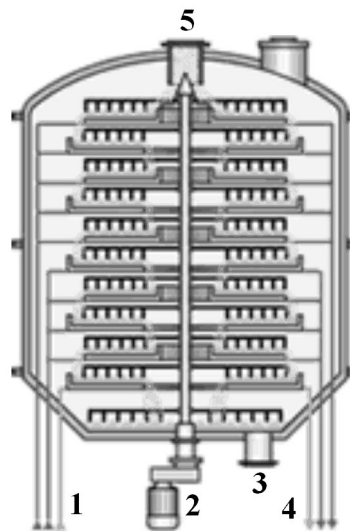


Figure I.8 : Sécheur à couche mince – 1. Entrée de la vapeur dans la double enveloppe ; 2. Sortie de la vapeur dégagée ; 3. Entrée du produit humide ; 4. Sortie des condensats ; 5. Sortie du produit sec (Buss-SMS, 2002).

#### 4.1.2.2. *Le sécheur multi-étagé vertical (rotatif ou non) ou sécheur à plateaux*

Ce sécheur à axe vertical renferme une série de plateaux circulaires sur lesquels la boue est déposée (Figure I.9). Ces plateaux sont munis de jaquettes dans lesquelles circule un fluide chaud (huile thermique ou vapeur surchauffée). Des bras racleurs permettent le passage de la boue vers l'étage inférieur grâce à des rainures présentes dans chaque plateau. Au bas du sécheur, le produit séché est récupéré grâce à un grattoir.





**Figure I.9 : Sécheur à plateaux – 1. Entrée des fluides thermiques ; 2. Motorisation de l'axe vertical ; 3. Sortie du produit sec ; 4. Sortie des fluides thermiques ; 5. Entrée du solide humide (Krauss-Maffei Process Technology, 2002).**

#### **4.1.2.3. Les fours combinant séchage et incinération**

On peut répertorier les types de fours suivants :

- Les fours à soles étagées 'Type Nichols' ;
- Les fours rotatifs tubulaires (peuvent fonctionner en sécheur ou incinérateur ou les deux) ;
- Les fours à lit fluidisé.

#### **4.1.3. Considérations énergétiques**

Le coût énergétique du séchage est de l'ordre de 800 à 1000 kWh par tonne d'eau extraite (Numrich et al., 1997). Cependant, de nouveaux procédés à consommation réduite émergent sur le marché (Dry•Rex<sup>MC</sup>). Le coût rapporté à la tonne de matière sèche de boue se situe entre 230 et 305 € selon les sources.

En terme d'investissements, l'utilisation du sécheur indirect est indiquée pour de faibles capacités évaporatoires. Par contre, l'emploi d'un sécheur direct se révélera judicieux pour des capacités évaporatoires élevées, de l'ordre de 3 à 4 tonnes d'eau par heure.

#### **4.1.4. Avantages et inconvénients des technologies**

Les sécheurs directs et indirects possèdent à la fois des inconvénients et des avantages qui sont repris dans le Tableau I.11 (OTV, 1997 ; Ferrasse, 2000).

**Tableau I.11 : Avantages et inconvénients des sècheurs directs et indirects**

	SÉCHEUR DIRECT	SÉCHEUR INDIRECT
AVANTAGES	Simplicité de la technologie	Simplicité des périphériques
	Absence de pièces en mouvement	Plus facilement sécurisable
	Robustesse	Faibles débits gazeux à traiter
	Mise en forme aisée : granulation ou extrusion	Confinement des buées et odeurs
	Faibles temps de séjour	
	Peu de sensibilité à la siccité initiale	
INCONVÉNIENTS	Complexité des périphériques	Technologie complexe
	Contrôle des odeurs	Temps de séjour plus long
	Risques d'explosions	Capacité évaporatoire limitée (4 tonnes d'eau par heure)
		Problèmes lors du passage à l'état pâteux de la boue : croûtage, pannes, dysfonctionnement
		Nécessité d'une surveillance attentive

## 4.2. Le séchage des boues : état de la question

Bien que le séchage des boues soit amené à se développer de plus en plus dans les années à venir, peu de travaux scientifiques ont été publiés dans le domaine à ce jour. Coakley et Allos (1962) furent parmi les premiers, au début des années soixante à s'intéresser aux caractéristiques de séchage de boues. Ceux-ci ont établi des courbes de séchage et ont mis en évidence l'effet de la granulométrie sur la cinétique de séchage et ils ont émis l'hypothèse de l'existence de plusieurs formes d'eau au sein de la boue. Au cours des années 1990, différents auteurs ont publié des descriptifs de procédés existants (Gross, 1993 ; Hassebrauck et al., 1996 ; Grüter et al., 1990 ; Kazakura et al., 1996) mais force est de constater que l'empirisme prédomine pour leur mise en oeuvre. Le plus souvent, seules des règles de bonne pratique sont utilisées. Dans ces publications figurent essentiellement les caractéristiques générales de l'installation ainsi que le bilan énergétique, mais à aucun moment, la cinétique intrinsèque de séchage de la boue n'intervient de manière explicite.

Depuis quelques années, des laboratoires européens conscients des enjeux et du manque d'informations scientifiques disponibles ont entrepris des recherches fondamentales dans le domaine. Ces nouveaux développements sont bien illustrés par trois thèses publiées de 1998 à 2000. Deux de celles-ci concernent des procédés de séchage indirect, la troisième aborde le couplage entre déshydratation et séchage convectif.

Carrère-Gée (1999) envisage le séchage en couche mince par ébullition de boues d'hydroxyde d'aluminium et développe une méthode pour la conception et le dimensionnement du procédé. L'étude est effectuée en deux étapes. Un premier dispositif simplifié (plaque de cuivre chauffée) permet de déterminer les cinétiques de séchage à partir d'un bilan de chaleur. Le séchage est ensuite étudié dans un cylindre chauffé électriquement. Les temps de séchage sont beaucoup plus longs que sur la plaque de cuivre mettant en évidence des effets d'échelle. Un modèle simple du sécheur montre l'importance des transferts internes qui conditionnent la durée du séchage.

Ferrasse (2000) développe des outils pour la caractérisation et la compréhension du comportement de boues d'épuration dans un procédé de séchage conductif avec agitation. Les isothermes de sorption ont été déterminées suivant une méthodologie couplant une thermobalance et un analyseur calorimétrique différentiel et montrent qu'une grande partie de l'eau présente dans les boues après déshydratation est libre. L'étude du séchage est effectuée dans un pilote développé au laboratoire et permet d'observer que la boue passe d'un état fluide à un état collant, avec une diminution des coefficients d'échange à la paroi, pour aboutir à un état granulaire. L'existence d'une vitesse d'agitation minimale a été mise en évidence, ainsi que l'influence de la distance entre la paroi et le premier couteau du système d'agitation. Une analyse des effluents gazeux a également été effectuée.

Bongiovanni (1998) étudie l'influence de l'étape de déshydratation sur le séchage convectif de boues synthétiques (suspension de PVC, bentonite), et de boues urbaines. Il conclut que ni le temps de filtration, ni la dose de floculant, ni la pression de filtration n'agissent sur le comportement au séchage. L'introduction d'un nouveau paramètre, le potentiel de séchage global, permet de regrouper différentes conditions opératoires (vitesse, humidité et température de l'air) et de classer les différentes cinétiques pour un produit donné. Lors du séchage de boues urbaines, les échantillons croûtent rapidement en surface, conduisant à une décroissance rapide de la vitesse de séchage.

## 5. Objectifs du travail

Dans ce travail, nous allons nous intéresser au séchage convectif d'un échantillon individuel de boue obtenu par extrusion. Ce choix nous confine au domaine du séchage convectif qui est largement répandu en séchage des boues. Il nous permet cependant de contrôler et de maîtriser la forme et la texture initiales du matériau à sécher. De plus, il nous donne accès aux mécanismes intrinsèques de la cinétique de séchage : les transferts intra- et extragranulaire, et l'évolution de la forme et de la texture du matériau. La mise en forme par extrusion se justifie par l'importance de l'état divisé au sein des procédés de séchage des boues. En outre, ce choix de l'extrusion nous permet également d'inscrire notre travail dans le cadre d'une collaboration du Laboratoire de Génie Chimique avec un partenaire industriel : Sevar Entsorgungsanlagen. Par la même occasion, ceci nous permet d'adopter une gamme de conditions opératoires dont nous savons *a priori* qu'elles correspondent à une réalité industrielle.

Les boues déshydratées font partie des matériaux dit ‘mous’ ou fortement déformables. Au cours d’une opération de séchage, elles subissent un retrait plus ou moins important. Dans le cas d’un séchage convectif, l’évolution de la surface externe est très importante car elle a une incidence directe sur les transports de matière et de chaleur, particulièrement lorsque les limitations au transfert sont extragranulaires. Toute tentative de modélisation rigoureuse doit prendre en compte ce phénomène de retrait (Hernandez et al., 2000 ; Nadeau et al., 1995). Dans le domaine agroalimentaire, les techniques traditionnellement utilisées pour mesurer le retrait sont relativement peu précises : mesure manuelle à l’aide d’un compas ou d’une règle (Ratti, 1994), mesure du déplacement de volume lors d’une immersion (Lozano et al., 1983 ; Sjöholm et al., 1995). L’emploi de caméras ou d’appareils photographiques est plus rarement mentionné (Lewicki et al., 1996 ; Abud-Archila et al., 1999).

Une technique non-intrusive relativement récente va nous permettre de **mesurer le retrait de manière précise** : il s’agit de la microtomographie à rayons X, caractérisée par une résolution spatiale de l’ordre de quelques dizaines de microns. En plus de l’évolution de la **taille de l’échantillon, l’apparition de fissures et l’évolution des profils d’humidité** en cours de séchage vont pouvoir être étudiées. La possibilité d’accéder de manière relativement simple, non intrusive et combinée à ces trois types de mesures constitue une **réelle avancée** dans le domaine du séchage, particulièrement en ce qui concerne les profils d’humidité. En effet, dans la littérature, cette détermination s’effectue soit de manière destructive par des coupes dans le matériau (Vaxelaire et al., 2000), soit en faisant appel à une technologie assez lourde, la résonance magnétique nucléaire (Frias et al., 2002).

La première partie du travail a pour but de mettre au point une méthode standard d’obtention des échantillons afin de s’affranchir du caractère aléatoire, évolutif et relativement peu reproductible des boues d’épuration. Pour ce faire un plan expérimental de conditionnement-filtration a été élaboré. L’influence de cette phase de préparation sur le séchage va être considérée.

La seconde partie envisage l’influence des conditions opératoires sur le retrait, la fissuration, les profils internes d’humidité et la cinétique de séchage, les conditions de préparation de l’échantillon ayant été définies dans la première partie. **Une analyse multi-zones** permet de relier entre eux les différents phénomènes. L’influence de la **nature de la boue** sera également discutée grâce à l’utilisation de deux boues différentes.

Enfin, tout au long du travail, différentes **techniques de caractérisation** des boues sont utilisées afin d’améliorer la compréhension des phénomènes étudiés d’une part, et de lier les procédés de filtration et/ou de séchage aux propriétés initiales et/ou finales du matériau d’autre part : granulométrie au laser, rhéologie, isotherme de désorption à la vapeur d’eau, isotherme d’adsorption-désorption d’azote, porosimétrie au mercure, microscopie électronique, pycnométrie à l’hélium, teneur en matières sèches, teneur en matières volatiles,...

Le phénomène de fissuration ne revêt pas une importance particulière en ce qui concerne la qualité finale des boues séchées. Cependant, la méthodologie développée pourrait être reproduite à des fins utiles pour étudier le séchage de différents produits agroalimentaires dont la qualité est plus directement affectée par le phénomène de fissuration.

## 6. Références

Abud-Archila, M., Bonazzi, C., Aichoune, H., et Heyd, B., Image analysis of shrinkage and cracking of rice during convective drying. Dans : *Récents Progrès en Génie des Procédés*, Lavoisier Technique et Documentation : Paris ; Vol.13(69), pp. 411-418 (1999).

ADEME, et Cabinet Arthur Andersen, *Examen de la situation de la filière de recyclage agricole des boues d'épuration urbaines en Europe et dans divers autres pays du monde*, ADEME Editions (1999).

ADEME, et CETIAT, *Les procédés de séchage dans l'industrie*, ADEME et CETIAT, eds; ADEME Editions : Angers (2000).

Agence Nationale pour la récupération et l'élimination des déchets, *La valorisation agricole des boues de stations d'épurations urbaines*, Les transformeurs, Bernard Lajouanie Service de l'information et de la communication, éd. ; (1988).

Antonini, G., "Les procédés de valorisation thermique des boues," *Actes Du Colloque Les Boues. Quels Enjeux ? Quelles Solutions ?*, Pau, France, 23-24 Février, 2000.

Apesa, "Eléments bibliographiques," *Actes Du Colloque Les Boues. Quels Enjeux ? Quelles Solutions ?*, Pau, France, 23-24 Février, 2000.

Ben-Aïm, R., "Qu'est-ce qu'une boue ? D'où viennent les boues ?," *Actes Du Colloque Les Boues. Quels Enjeux ? Quelles Solutions ?*, Pau, France, 23-24 Février, 2000.

Bongiovanni, J.-M., *Traitement des boues résiduaires par l'association en série d'une déshydratation mécanique et d'un séchage thermique*, Thèse de doctorat, Université de Pau et des Pays de l'Adour (1998).

Buss-SMS, "Horizontal thin film dryer : operating principle", [En ligne]. <http://www.sms-vtcom/en/technologies/technologie.htm> (Page consultée le 5-9-2002).

Carrère-Gée, C., *Etude du séchage indirect d'une fine couche de boue d'hydroxyde d'aluminium en ébullition : application au cylindre sécheur*, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier de Toulouse 3 (1999).

Chambe, M., "La thermolyse appliquée aux boues," *Actes Du Colloque Les Boues. Quels Enjeux ? Quelles Solutions ?*, Pau, France, 23-24 Février, 2000.

Coackley, P., et Allos, R., "The drying characteristics of some sewage sludges," *Journal of the Institute of Sewage Purification*, 557-564 (1962).

Conseil de l'Union Européenne, *Directive 86/278/EC du 12 juin 1986 du Conseil relative à la protection de l'environnement lors de l'utilisation de boues en agriculture*, OJ L 186/6 04.07.1986 (1986).

Conseil de l'Union Européenne, *Directive 1991/271/EC du 21 mai 1991 du Conseil relative au traitement des eaux urbaines résiduaires*, OJ L 135 30.05.1991 (1991).

Conseil de l'Union Européenne, *Directive 1999/31/EC du 26 avril 1999 du Conseil relative à la mise en décharge des déchets*, OJ L 182 16.07.1999 (1999).

DGRNE, "Production annuelle des boues de stations d'épuration urbaines ou mixtes", [En ligne]. <http://mrw.wallonie.be/dgrne/data/boues/index.htm> (Page consultée le 4-7-2001).

Edeline, F., *L'épuration biologique des eaux*, Editions Cebedoc : Liège (1993).

Ferrasse, J.-H., *Développement d'outils expérimentaux pour le dimensionnement de procédés de séchage conductif avec agitation : application à des boues de stations d'épuration urbaines*, Thèse de doctorat, Centre Energétique & Environnement, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux (2000).

Frémy, D., et Frémy M., *Quid2002*, Laffont : Paris (2002).

Frias, J. M., Foucat, L., Bimbenet, J. J., et Bonazzi, C., "Modeling of moisture profiles in paddy rice during drying mapped with magnetic resonance imaging," *Chem. Eng. J.*, **86**, 173-178 (2002).

Gouvernement Wallon, *Horizon 2010. Plan wallon des déchets*, (1998).

Gross, T. S. C., "Thermal drying of sewage sludge," *J. IWEM*, **7**, 255-261 (1993).

Grüter, H., Matter, M., Oehlmann, K. H., et Hicks, M. D., "Drying of sewage sludge - an important step in waste disposal," *Wat. Sc. Tech.*, **22**, 57-63 (1990).

Hassebrauck, M., et Ermel, G., "Two examples of thermal drying of sewage sludge," *Wat. Sc. Tech.*, **33**, 235-242 (1996).

Hernandez, J. A., Pavon, G., et Garcia, M. A., "Analytical solution of mass transfer equation considering shrinkage for modeling food-drying kinetics," *J. Food Eng.*, **45**, 1-10 (2000).

Kazakura, T., et Hasatani, M., "R&D needs - Drying of sludges," *Drying Technol.*, **14**, 1389-1401 (1996).

Krauss-Maffei Process Technology, "Produits et services : sécheurs", [En ligne]. <http://kmpt.com/france/produits/secheurs.shtml> (Page consultée le 5-9-2002).

Lewicki, P. P., et Piechnik, H., "Computer image analysis of shrinkage during food dehydration," *Drying'96 - Proceedings of the 10th International Symposium, Krakow, Poland, 30 Juillet-2 Août*, pp.793-800, 1996.

Lotito, V., Mininni, G., et Spinosa, L., "Models of sewage sludge conditioning," *Wat. Sc. Tech.*, **22**, 163-172 (1990).

Lozano, J. E., Rotstein, E., et Urbicain, M. J., "Shrinkage, porosity and bulk density of foodstuffs at changing moisture contents," *J. Food Sci.*, **48**, 1497-1553 (1983).

Mosnier, F., "La gazéification : une valorisation optimale des boues séchées," *Actes Du Colloque Les Boues. Quels Enjeux ? Quelles Solutions ?*, Pau, France, 23-24 Février, 2000.

Nadeau, J.-P., et Puiggali, J. R., *Séchage. Des processus physiques aux procédés industriels*, Technique et Documentation – Lavoisier : Paris (1995).

Numrich, R., et Brown, B. W., "Sludge drying with mechanical vapour re-compression," *UTA International*, **2**, 126-130 (1997).

OTV, *Traiter et valoriser les boues*, Infinités Communication : Rennemoulin (1997).

Ratti, C., "Shrinkage during drying of foodstuffs," *J. Food Eng.*, **23**, 101-105 (1994).

Sjoholm, I., et Gekas, V., "Apple shrinkage upon drying," *J. Food Eng.*, **25**, 123-130 (1995).

Surh, P., "Incineration combinée des boues d'épuration et des ordures ménagères : une filière qui séduit," *L'eau, l'industrie et les nuisances*, **209**, 34-36 (2002).

Vaxelaire, J., Bongiovanni, J.-M., Mousques, P., et Puiggali, J. R., "Thermal drying of residual sludge," *Wat. Res.*, **34**, 4318-4323 (2000).

## CHAPITRE II. NOTIONS CONCERNANT LE SÉCHAGE

---

Ce chapitre a pour but d'introduire les notions essentielles relatives au séchage. En effet, le séchage est une discipline un peu à part au sein du génie chimique à laquelle un vocabulaire spécifique et une méthodologie de traitement des résultats (cf. § 4) sont associés.

### 1. Définition

Le séchage est un procédé de séparation qui consiste à extraire le solvant d'un matériau par vaporisation de celui-ci et élimination de la phase gazeuse formée. Dans la plupart des cas, le solvant extrait est de l'eau. Dans le cas particulier du séchage convectif qui est considéré dans ce travail, un courant d'air chaud assure à la fois l'apport d'énergie nécessaire à la vaporisation de l'eau et le transport de la vapeur d'eau produite.

### 2. Caractéristiques de l'air humide

L'emploi d'air pour le séchage nécessite l'introduction de certaines notions relatives à l'air humide. Comme son nom l'indique, l'air humide est un mélange d'air sec et de vapeur d'eau. La teneur en humidité peut être caractérisée par différentes variables : la pression partielle en vapeur d'eau  $P_e$  en Pa, la teneur massique rapportée à l'air sec ou humidité absolue  $Y$  en kg/kg d'air sec, ou l'humidité relative HR. L'humidité absolue  $Y$  est définie par l'Éq. II.1. L'humidité relative, généralement exprimée en %, est le rapport entre la pression partielle en vapeur d'eau et la pression de vapeur saturante à la température considérée (Éq. II.2).

$$Y = 0.622 \frac{P_e}{P_{\text{atm}} - P_e} \quad (\text{II.1})$$

$$\text{HR} = 100 \frac{P_e}{P_e^{\text{sat}}} \quad (\text{II.2})$$

Le volume humide  $v_{\text{hum}}$  est défini comme le volume occupé par l'air et la vapeur d'eau rapporté à 1 kg d'air sec. La masse volumique  $\rho_a$  est définie comme la masse totale 'air + vapeur d'eau' rapportée au volume occupé. Ces deux grandeurs seront utilisées pour le calcul de la vitesse de l'air de séchage (chap. III, § 4.3.2). Une autre caractéristique importante est la température de bulbe humide  $T_h$ . Il s'agit de la température d'équilibre évaporatoire dynamique indiquée par un thermomètre dont le bulbe est entouré d'une mèche de coton humidifiée. Les formules utilisées pour



déterminer la pression de saturation, le volume humide, la masse volumique et la température humide se situent dans l'annexe 1.

### 3. Différentes formes d'eau au sein d'un matériau humide

L'eau contenue dans un matériau humide se trouve sous plusieurs formes. On distingue l'eau liée et l'eau libre. D'un point de vue thermodynamique, l'eau libre se comporte comme de l'eau pure : sa tension de vapeur correspond à la saturation à la température considérée. Par contre, l'eau liée va développer une tension de vapeur inférieure à la valeur de saturation. L'activité de l'eau vaut 1 dans le cas de l'eau libre et est inférieure à 1 dans le cas de l'eau liée. L'expression de l'activité de l'eau (Éq. II.3) est obtenue à partir de l'écriture de l'égalité des fugacités des phases liquides et gazeuses.

$$a_e = \frac{P_{\text{éq}}(T)}{P_e^{\text{sat}}(T)} = \frac{HR}{100} \quad (\text{II.3})$$

L'eau libre est celle qui remplit la majeure partie des vides de la structure. Elle est piégée sous forme liquide par des forces d'origine capillaire. L'eau liée fait référence à l'eau fixée par adsorption sur les parois des structures selon une importance qui peut être déterminée par les isothermes de sorption à l'eau. L'utilité des isothermes est double : d'une part, elles permettent de connaître la teneur en eau finale d'un produit exposé à des conditions de séchage définies (température et humidité), appelée teneur en eau d'équilibre  $W_{\text{éq}}$ , d'autre part, elles fournissent des informations quant aux conditions limites lors de la modélisation, particulièrement lorsque les matériaux sont fortement hygroscopiques (Coumans, 2000). Pour rappel, un matériau est qualifié d'hygroscopique lorsqu'il absorbe et retient facilement l'humidité de l'air et de non hygroscopique lorsqu'il ne fixe pas naturellement les molécules d'eau présentes sous forme de vapeur dans l'air. Le point suivant développe plus en détail le concept d'isotherme de sorption.

#### 3.1. Isothermes de sorption

L'isotherme de sorption lie la teneur d'équilibre en eau du solide à la teneur en humidité de l'environnement, à une température donnée. Elle est caractéristique des nombreuses interactions qui ont lieu à l'échelle microscopique entre le squelette solide et les molécules d'eau. Cette courbe permet donc de décrire le comportement hygroscopique du solide. On peut déterminer des isothermes d'adsorption ou de désorption selon que l'échantillon est soumis à des humidités croissantes (prise d'eau) ou décroissantes (perte d'eau).

Selon le type de matériau, les isothermes peuvent adopter différentes allures. Brunauer et al. (1940) ont défini 5 types d'isothermes pour décrire l'adsorption de gaz sur la surface d'un solide. Cette classification est habituellement utilisée pour caractériser les isothermes d'adsorption-désorption d'azote mais a été naturellement

étendue aux isothermes d'adsorption-désorption de vapeur d'eau, considérant que la vapeur d'eau est un gaz particulier. Ces isothermes représentent le volume adsorbé en fonction de la pression partielle (Figure II.1). Le type I correspond à une adsorption mono-couche, dite de Langmuir (1918). Dans le cas de l'adsorption à l'azote, les types II et III sont rencontrés pour des solides macroporeux, alors que les isothermes de type IV et de type V correspondent à des solides mésoporeux. Les isothermes de type IV et de type V comportent souvent une hysteresis liée à la condensation capillaire.

En ce qui concerne les isothermes à l'eau, on a coutume de placer l'humidité relative ou l'activité de l'eau en abscisse et la teneur en eau d'équilibre en ordonnée (au lieu du volume adsorbé). Les matériaux contenant des polymères hygrophiles comme les fibres naturelles et les produits agroalimentaires présentent généralement un comportement de type II. Le type III se retrouve pour des produits moins hygrophiles comme des caoutchoucs, des fibres synthétiques ou des produits agroalimentaires à forte teneur de glucose (Maskan et Göğus, 1997). Les isothermes de certains matériaux inorganiques sont de type IV. Il faut noter que beaucoup de produits ne peuvent pas être classifiés de manière univoque car leur isotherme appartient à différentes classes.

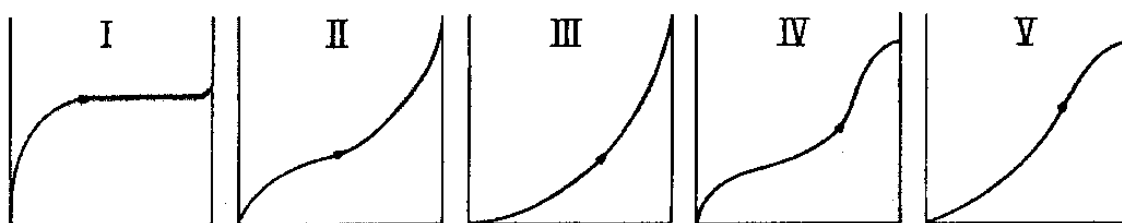


Figure II.1 : 5 types d'isothermes d'adsorption définis par Brunauer et al., d'après Lecloux (1981).

La Figure II.2 montre une isotherme d'adsorption couramment rencontrée pour l'eau. Elle est à la forme en S d'une sigmoïde caractéristique du type II.

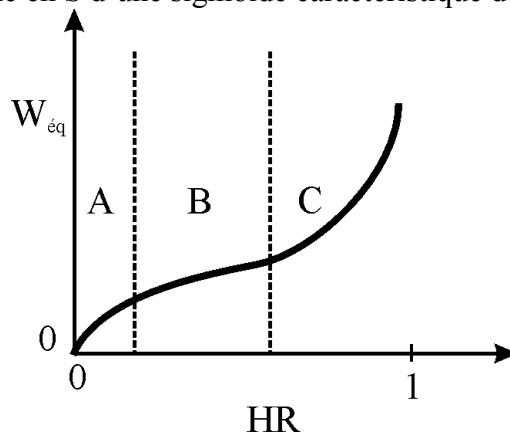


Figure II.2 : Isotherme de forme sigmoïdale (type II).

Pour de faibles pressions partielles en eau (section A), il y a fixation d'une première couche d'eau sur le squelette solide. L'énergie de liaison est très forte et les molécules d'eau sont peu mobiles (Théorie de Langmuir). Aux pressions intermédiaires (section B) on remarque que la pente de la courbe augmente. Une deuxième couche de molécules se forme, puis d'autres encore : l'adsorption est multicouche. L'énergie de

liaison est plus faible que pour la première couche (Théorie BET). Aux pressions proches de la saturation (section C), la pente de la courbe augmente encore plus fortement. Les dernières molécules d'eau se fixent sur les irrégularités de la surface, c'est la condensation capillaire et l'énergie de liaison est très faible (Equation de Kelvin). L'hygroscopicité maximale est atteinte lorsque le solide est en équilibre avec l'air saturé. Cette teneur en eau définit le seuil hygroscopique. En dessous de ce seuil, le matériau humide se situe dans le domaine dit hygroscopique.

On constate par l'expérience que les courbes d'adsorption et de désorption ne se superposent pas toujours exactement : il y a alors un phénomène d'hystérésis. Pour expliquer ce phénomène, trois hypothèses sont couramment avancées.

La première hypothèse fait appel à la théorie dite de la bouteille d'encre. Lors de l'adsorption, la condensation a lieu dans des cavités larges ; tandis qu'à la désorption, l'entrée du pore est bloquée par un ménisque dans un capillaire de petit diamètre. L'équation de Kelvin (Éq. II.4) montre que la pression  $P$  lors de l'adsorption (grand rayon) est supérieure à la pression de désorption (petit rayon). Dans l'Éq. II.4,  $\sigma$  est la tension superficielle,  $V_m$  le volume molaire du liquide,  $\theta$  l'angle de contact,  $r$  le rayon moyen du ménisque,  $R$  la constante des gaz parfaits et  $P_e^{\text{sat}}$  la pression de vapeur d'eau saturante à la température  $T$ . La courbe correspondant à l'adsorption se situe donc en dessous de celle correspondant à la désorption dans un graphique ayant la teneur en eau du matériau pour ordonnée et l'humidité relative de l'air en abscisse. Cette théorie peut être généralisée pour des solides contenant des pores connectés à la surface externe par de petits capillaires.

$$RT \ln \frac{P}{P_e^{\text{sat}}} = -2\sigma V_m \frac{\cos \theta}{r} \quad (\text{II.4})$$

La seconde hypothèse est de considérer que l'angle de contact  $\theta$  (Éq. II.4) lors de la désorption est plus faible que lors de l'adsorption, suite à la présence d'impuretés.

La troisième hypothèse se base sur la théorie du pore ouvert pour lequel la forme du ménisque n'est pas la même en adsorption qu'en désorption selon la dimension des couches adsorbées et la forme des pores.

A partir des isothermes, il est également possible de déterminer la chaleur isostérique de sorption qui est une mesure du degré de liaison de l'eau et de la quantité d'énergie à fournir pour libérer cette eau. Cette contribution énergétique doit être prise en compte lors du dimensionnement de sècheurs destinés à traiter des produits fortement hygroscopiques.

### 3.1.1. Modélisation des isothermes

De nombreuses équations ont été proposées pour modéliser les isothermes. Certaines se basent sur un modèle théorique d'adsorption, alors que d'autres sont de nature empirique. Un inconvénient de ces relations est qu'elles ne sont pas applicables sur toute la gamme des humidités relatives. Le Tableau II.1 reprend les modèles les plus couramment utilisés.

Tableau II.1 : Modèles d'isothermes les plus couramment utilisés

Langmuir	$W_{\text{éq}} = \frac{ABHR}{1 + BHR}$	Faibles HR
BET	$W_{\text{éq}} = \frac{W_m C_{\text{BET}} HR}{(1 - HR)(1 + (C_{\text{BET}} - 1)HR)}$	HR < 50
GAB	$W_{\text{éq}} = \frac{W_m C_G KHR}{(1 - KHR)(1 + (C_G - 1)KHR)}$	10 < HR < 90
Chung-Pfost	$W_{\text{éq}} = \frac{1}{B} (\ln A - \ln(-\ln HR))$	20 < HR < 90
Halsey	$W_{\text{éq}} = \left( -\frac{A}{\ln HR} \right)^{\frac{1}{B}}$	10 < HR < 80
Harkins – Jura	$W_{\text{éq}} = \left( \frac{B}{\ln(HR) - A} \right)^{\frac{1}{2}}$	HR > 50
Henderson	$W_{\text{éq}} = \left( -\frac{\ln(1 - HR)}{A} \right)^{\frac{1}{B}}$	50 < HR < 95
Kuhn	$W_{\text{éq}} = \frac{A}{\ln(HR)} + B$	HR < 50
Oswin	$W_{\text{éq}} = A \left( \frac{HR}{1 - HR} \right)^B$	10 < HR < 90
Smith	$W_{\text{éq}} = A - B \ln(1 - HR)$	50 < HR < 95

L'équation de Langmuir (1918) fait référence à une adsorption mono-couche et n'est donc valable que dans la première partie de l'isotherme. Le modèle de Brunauer-Emmet-Teller (BET) tient compte d'une adsorption multicouche. Il suppose que la chaleur de sorption de la première couche est différente des couches suivantes, assimilées à de l'eau pure (Brunauer et al., 1938).  $W_m$  est la teneur en eau de la mono-couche et  $C_{\text{BET}}$  la constante BET. Ce modèle est utilisé pour des isothermes de forme sigmoïdale, pour des valeurs d'humidité relative inférieures à 40%. L'équation de Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB) peut être considérée comme l'amélioration du modèle BET en introduisant un comportement intermédiaire différant de l'eau pure pour les couches suivant la mono-couche initiale (Anderson, 1946 ; de Boer, 1953 ; Guggenheim, 1966). La zone de validité est très large (HR < 95%).  $C_G$  est appelée la constante de Guggenheim et correspond à la chaleur de sorption totale de la première couche adsorbée.  $K$  est un facteur correctif tenant compte des propriétés de sorption des multicouches. Les équations de Chung-Pfost (1967), d'Halsey (1948), d'Harkins-Jura (1944), d'Henderson (1952), de Kuhn (1967), d'Oswin (1946) et de Smith (1947) sont empiriques ou semi-empiriques. Certains de ces modèles existent également en versions dites modifiées afin de tenir compte de la température (Veltchev et Menkov, 2000). Les modèles modifiés de Chung-Pfost, Halsey, Henderson, Oswin ainsi que le

modèle GAB ont été adoptés comme standard par la société américaine des ingénieurs agronomes (ASAE, 1996).

### 3.1.2. Chaleur isostérique de désorption

La chaleur isostérique de désorption peut être calculée à partir d'une relation dérivée de l'équation de Clausius-Clapeyron (Éq. II.5) (Labuza, 1984 ; Tsami et al., 1990 ; Veltchev et Menkov, 2000). Cette relation nécessite de déterminer les isothermes à différentes températures afin de calculer la variation logarithmique de l'humidité relative en fonction de l'inverse de la température, pour un teneur en eau d'équilibre fixée. Cependant, à partir des équations modifiées, il est possible d'obtenir l'expression analytique de la chaleur de sorption  $Q_s$ .

$$Q_s = -R \frac{d \ln \frac{HR}{100}}{d \left( \frac{1}{T} \right)} \quad (\text{II.5})$$

## 3.2. Les formes d'eau dans les boues d'épuration

On a pu voir que l'on peut distinguer deux types d'eau d'un point de vue thermodynamique : l'eau libre et l'eau liée. Ces concepts ne sont pas respectés au sens strict dans la littérature abordant la répartition des différents types d'eau dans les boues d'épuration. On constate l'apparition de sous-catégories particulières selon les auteurs et les méthodes utilisées pour caractériser les formes d'eau.

Vesilind et Martel (1989) proposent la classification suivante suite à des tests dilatométriques : l'eau libre est celle qui peut être éliminée par simple décantation gravitaire ; l'eau interstitielle est celle qui est enfermée dans les floes ou dans des structures cellulaires, son enlèvement nécessite la rupture des floes ou des cellules ; l'eau vicinale est celle qui est retenue en surface des particules solides par des liaisons hydrogènes, son élimination passe par un traitement thermique ; enfin l'eau d'hydratation est celle qui est chimiquement liée et qui nécessite une importante dépense énergétique pour son enlèvement.

Smollen (1990) utilise un séchage basse température pour distinguer les catégories d'eau dans une boue déshydratée. L'eau qualifiée de libre est celle qui a pu être éliminée par déshydratation mécanique. Lors du séchage, l'auteur constate qu'une certaine quantité d'eau appelée 'eau immobilisée' est éliminée à une vitesse constante. L'eau qui subsiste est de l'eau liée, physiquement et chimiquement.

Tsang et Vesilind (1990) utilisent également une méthode thermogravimétrique pour distinguer les types d'eau dans une boue déshydratée. L'eau libre est la somme de l'eau éliminée par déshydratation et par séchage à vitesse constante. Les ruptures de pente de la courbe de séchage leur permettent de distinguer l'eau interstitielle (cf. ci-

dessus), l'eau de surface (eau vicinale) et l'eau liée chimiquement qui n'est pas éliminée.

Le Tableau II.2, inspiré de la synthèse effectuée par Bongiovanni (1998), permet d'effectuer des recoupements entre auteurs et d'attribuer aux différentes sous-catégories énoncées le qualificatif 'd'eau libre' ou 'd'eau liée' au sens thermodynamique. L'eau libre est celle qui est éliminée pendant la déshydratation et pendant la période de séchage à vitesse constante dans l'analyse thermogravimétrique. L'eau immobilisée de la classification de Smollen est donc de l'eau libre. L'eau liée peut globalement être répartie en trois familles (Rolf et Halde, 1979). L'eau liée chimiquement est fixée par de fortes liaisons chimiques et ne peut être éliminée qu'au-delà de 105°C (y compris l'eau d'hydratation). L'eau liée physiquement, par adsorption ou absorption, est également éliminée par séchage thermique (y compris l'eau vicinale). Enfin, l'eau liée mécaniquement se rencontre dans des structures capillo-poreuses (y compris eau interstitielle).

**Tableau II.2 : Synthèse des classifications d'eau libre et d'eau liée**

	Rolf et Halde (1979)	Vesilind et Martel (1989)	Smollen (1990)	Tsang et Vesilind (1990)
Eau libre au sens thermodynamique	Eau libre	Eau libre (éliminée par décantation gravitaire)	Eau libre (éliminée par déshydratation mécanique) Eau immobilisée (éliminée par séchage à vitesse constante)	Eau libre (éliminée par déshydratation mécanique et par séchage à vitesse constante)
Eau liée au sens thermodynamique	Eau liée chimiquement	Eau d'hydratation	Eau liée chimiquement	Eau liée chimiquement
	Eau liée physiquement	Eau vicinale	Eau liée physiquement	Eau de surface
	Eau liée mécaniquement	Eau interstitielle		Eau interstitielle

#### **4. Analyse de la cinétique de séchage (cas du séchage convectif)**

Les dispositifs expérimentaux classiques permettent d'enregistrer la masse ( $M$ , kg) au cours du temps ( $t$ , s). On obtient alors une courbe représentant la perte de masse en fonction du temps (Figure II.3). Cependant, on a coutume d'utiliser la teneur

en humidité du produit sur base sèche ( $W$ , kg eau /kg solide sec) et non la masse pour tracer cette **courbe de séchage** (Figure II.4).

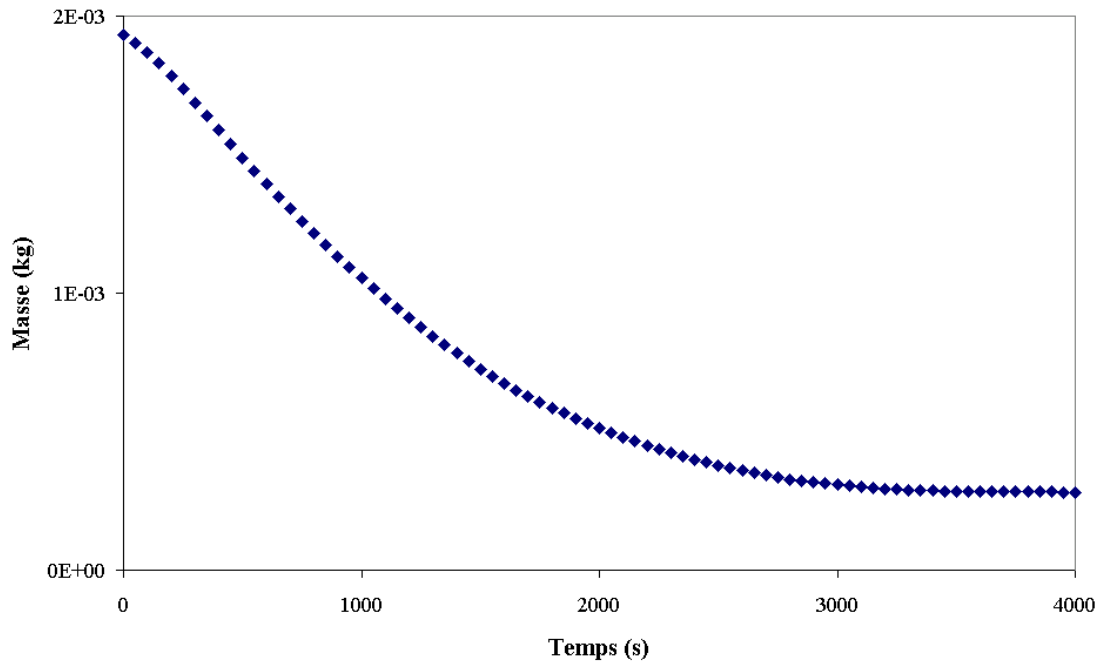


Figure II.3 : Courbe obtenue par l'enregistrement de la masse de l'échantillon en fonction du temps.

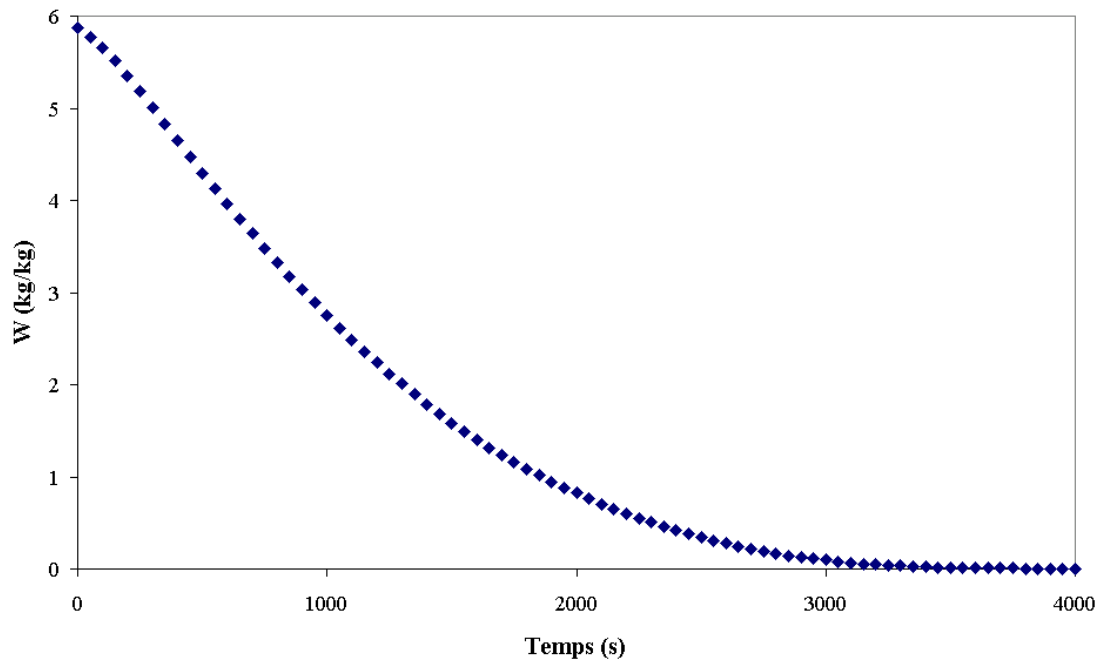


Figure II.4 : Courbe de séchage montrant l'évolution de la teneur en eau sur base sèche,  $W$ , en fonction du temps.

Selon l'usage, ces données sont transformées afin de tracer soit la **courbe de vitesse de séchage (ou de flux matériel)** soit la courbe dite de **Krischer** (Kemp et al., 2001) selon que le flux de séchage ( $F$ ,  $\text{kg/m}^2\text{s}$ ) est représenté en fonction du temps (Figure II.5) ou de la teneur en eau sur base sèche (Figure II.6). Dans le cas où le matériau est parfaitement rigide et ne subit aucune modification de sa surface, le flux peut être obtenu directement par dérivation de la courbe de perte de masse. Le flux est alors égal à la vitesse de séchage,  $N$  ( $\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$ ) à une constante près (Éq. II.6).

$$F = \frac{M_s}{A_0} \left( -\frac{dW}{dt} \right) = \frac{1}{A_0} \left( -\frac{dM}{dt} \right) = \frac{1}{A_0} N \quad (\text{II.6})$$

Par contre dans le cas où le matériau humide subit un retrait, la connaissance de la surface externe ( $A(W)$ ) de l'échantillon est nécessaire pour tracer la courbe de séchage en terme de flux (Éq. II.7).

$$F = \frac{1}{A(W)} N \quad (\text{II.7})$$

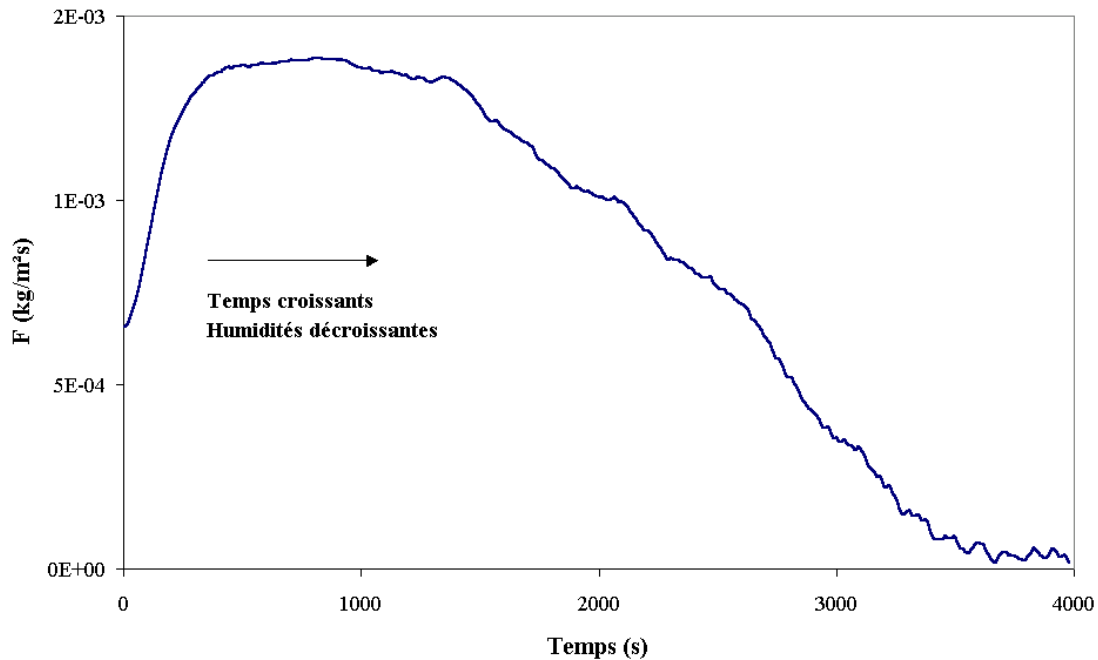


Figure II.5 : Flux matériel en fonction du temps.



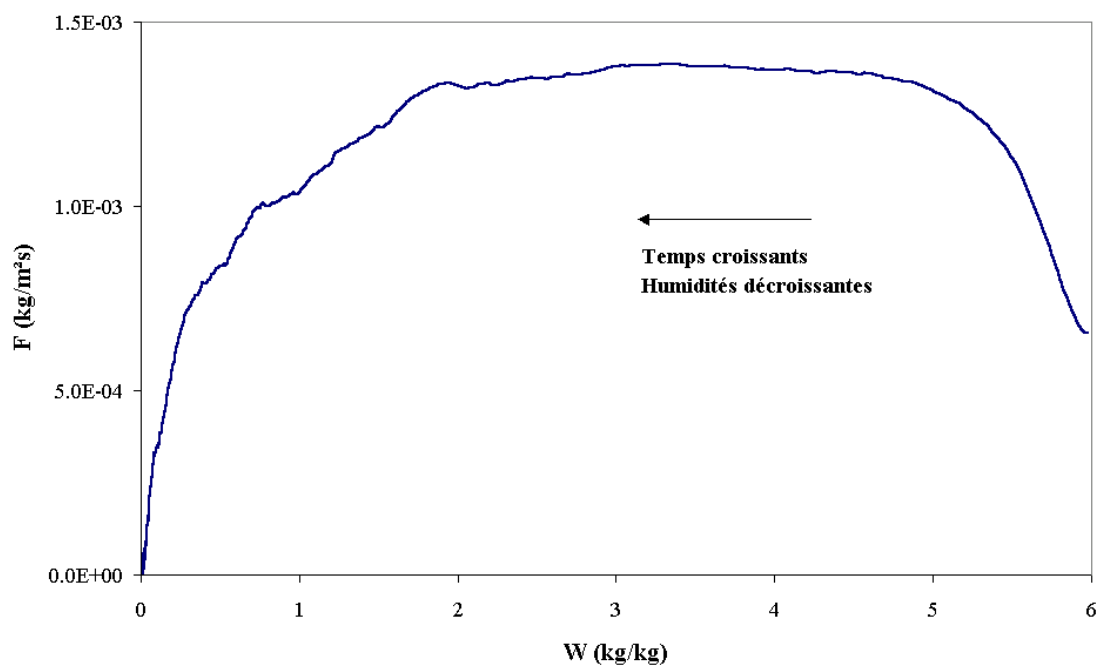


Figure II.6 : Courbe de Krischer montrant l'évolution du flux matériel en fonction de la teneur en eau sur base sèche.

#### 4.1. Analyse globale des courbes de Krischer

L'examen de l'allure des courbes de Krischer permet une première approche macroscopique du comportement du produit pendant le séchage. Sur la courbe schématique présentée à la Figure II.7, on peut distinguer 3 ou 4 phases selon les cas.

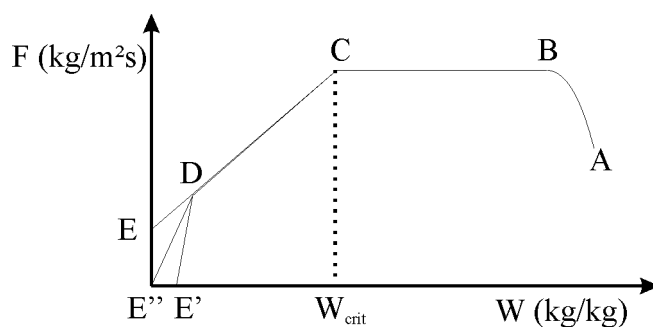


Figure II.7 : Courbe de Krischer théorique.

##### 4.1.1. Période de préchauffage

Elle correspond à la montée en température du matériau à sécher jusqu'à atteindre la température humide correspondant à l'environnement séchant (zone A-B). Cette période est généralement très courte vis-à-vis du temps de séchage total.

#### 4.1.2. Période à vitesse ou flux constant

Pendant cette phase, souvent isenthalpique, l'eau est évacuée à flux constant (zone B-C). Le qualificatif isenthalpique est employé lorsque la chaleur échangée par convection est intégralement utilisée pour la vaporisation de l'eau. Ceci n'est plus vrai lorsque une partie de la chaleur est échangée par rayonnement ou par conduction en plus de la convection. On note ' $F_c$ ' le flux pendant cette phase, appelée plateau. On considère que l'évaporation s'effectue à la surface du matériau et que la surface est couverte d'un film d'eau continu. L'eau éliminée est libre et la surface conserve la température humide mentionnée dans la première période. Cette phase perdure tant que la surface est alimentée de manière suffisante en eau venant de l'intérieur du solide. Le flux de chaleur demeure constant lui aussi pendant toute cette période.

Les résistances au transfert se situent presque exclusivement dans la couche limite. La vitesse de séchage ne dépend donc principalement que des conditions externes, c'est-à-dire la vitesse superficielle, l'humidité et la température de l'agent séchant, la surface exposée au séchage et la pression. Toutefois, l'état de surface peut avoir une importance : le flux peut être plus important pour une surface rugueuse que pour une surface plane (Geankoplis, 1993).

#### 4.1.3. Les deux périodes de ralentissement

Les interprétations diffèrent quelque peu selon le modèle évoqué. Deux modèles sont couramment cités : le 'receding front model' et le 'wetted-surface model' (Keey, 1978). Le premier modèle pose l'hypothèse que le front de vaporisation se déplace vers l'intérieur du matériau alors que le second postule que la vaporisation se déroule en surface, mais que celle-ci est partiellement sèche.

##### 4.1.3.1. *Receding front model*

La première période de ralentissement (zone C-D) commence lorsque la surface du matériau en contact avec l'air chaud atteint soit le seuil hygroscopique (toute l'eau libre a été éliminée en surface) -une partie du matériau se situant dans le domaine hygroscopique-, soit une teneur en eau nulle pour les matériaux non hygroscopiques. On définit  $W_{crit}$ , la teneur en eau à partir de laquelle le ralentissement se produit. Le front de séchage qui se trouvait en surface migre vers l'intérieur du matériau. Dans cette phase, ce sont les différentes résistances internes du matériau aux transferts de chaleur et de matière qui contrôlent la vitesse de séchage. Ces résistances seront d'autant plus grandes que le front de séchage se situe loin de la surface externe du matériau (Nadeau et Puiggali, 1995).

Une fois que l'ensemble du matériau se situe dans le domaine hygroscopique, c'est-à-dire qu'il ne subsiste plus que de l'eau liée, la seconde phase de ralentissement commence. Le séchage est terminé lorsque le solide a atteint sa teneur en eau d'équilibre dans les conditions opératoires considérées (zone D-E'). Pour rappel, la teneur d'équilibre ne dépend que de la température et de l'humidité relative de l'agent

séchant. Si le matériau est non hygroscopique, cette seconde période n'existe pas : la première zone de décroissance se poursuit jusqu'au terme du séchage (zone D-E).

#### 4.1.3.2. *Wetted-surface model*

La chute du flux de séchage est liée à l'apparition de zones sèches à la surface du matériau, correspondant à une teneur en eau globale qui vaut  $W_{crit}$ . Cependant, si on rapporte le flux à la fraction de surface mouillée, celui-ci est constant. Cette période se poursuit jusqu'à assèchement complet de la surface externe (Keey, 1978 ; Nadeau et Puiggali, 1995) (zone C-D).

La seconde zone de ralentissement est le reflet d'un contrôle de la vitesse par la diffusion de l'eau à l'intérieur du matériau. Le séchage se termine à siccité nulle (zone D-E'') ou à  $W_{eq}$  pour les matériaux hygroscopiques (zone D-E'). Le front de séchage peut également se retirer dans le matériau et on retrouve alors le premier modèle.

## 4.2. La classification de Sherwood

Cette interprétation des courbes de Krischer (Figure II.7) correspond à des cas idéaux. Dans la pratique, la situation peut être plus complexe, avec des zones de transition. Globalement, on peut retenir que les courbes présentent :

- une zone de préchauffage ;
- une phase à vitesse constante contrôlée par les conditions externes ;
- une phase de décroissance majoritairement contrôlée par les transferts internes.

Selon la forme de la courbe et l'orientation des concavités (Figure II.8), Sherwood (1936) fut l'un des premiers à proposer une classification portant sur l'importance plus ou moins grande des résistances aux transferts. La courbe B, de concavité tournée vers le haut, est typique d'un séchage contrôlé par des limitations intragranulaires ; la phase à flux constant décrite par la zone A-B sur la Figure II.7 n'est pas toujours présente. La courbe D, de concavité orientée vers le bas, illustre le cas inverse pour lequel les transferts sont limités par les transferts externes dans la couche limite. La courbe A est un cas mixte : la portion de décroissance linéaire est contrôlée par des résistances externes au transfert, alors que la fin de la courbe ressemble à la courbe B (concavité vers le haut) et indique des limitations intragranulaires en fin de séchage. La courbe C correspond à un matériau dans lequel le front de séchage se retire. Au début du recul du front, la diffusion du liquide est limitante. Vers la fin du séchage, c'est la diffusion de l'eau en phase vapeur à travers le solide qui est limitante.

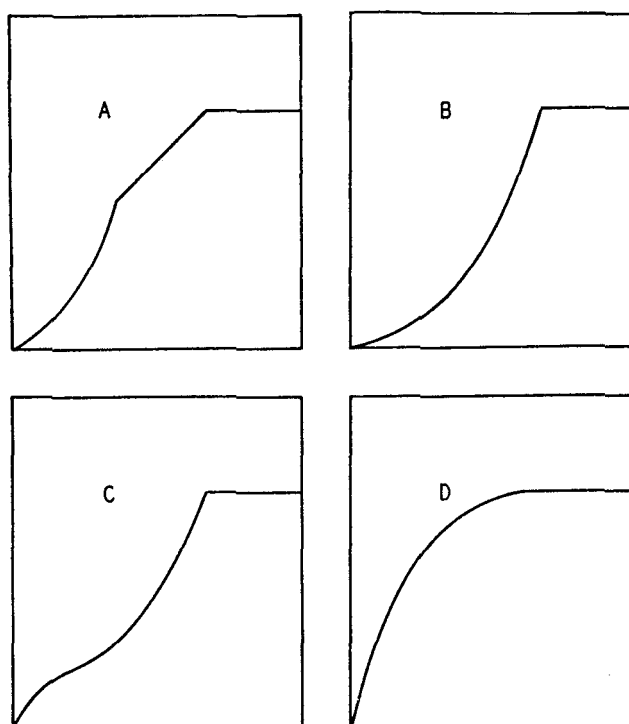


Figure II.8 : Types de courbes de flux en fonction de la teneur en eau sur base sèche référencées par Sherwood (1936).

### 4.3. Évolution de la température

L'évolution de la température peut être reliée aux différentes périodes de séchage introduites plus haut. Au début du séchage, la température à la surface du matériau augmente depuis la température de stockage jusqu'à la température du bulbe humide dite température humide  $T_h$ . La température de surface reste égale à la température humide pendant toute la période de séchage à flux constant. Une fois que le ralentissement du flux de séchage s'opère, la température de l'échantillon monte pour atteindre progressivement la température de l'agent séchant au terme du séchage  $T_{air}$  (Figure II.9, courbe 1).

La température au cœur du matériau suit une évolution pratiquement identique. La principale différence se marque pendant la période de ralentissement ; la température augmentant moins vite au cœur du matériau, suite aux problèmes de transferts de chaleur.

Puiggali (1993) note que le plateau à température humide n'existe que pour des matériaux dont le séchage présente une phase isenthalpique. Lorsque le produit subit des transformations particulières (gélification, solidification ou retrait), il arrive que le séchage ne se produise pas dans des conditions isenthalpiques et la température augmente alors continuellement depuis la température de stockage jusqu'à la température de l'air (Figure II.9, courbe 2).

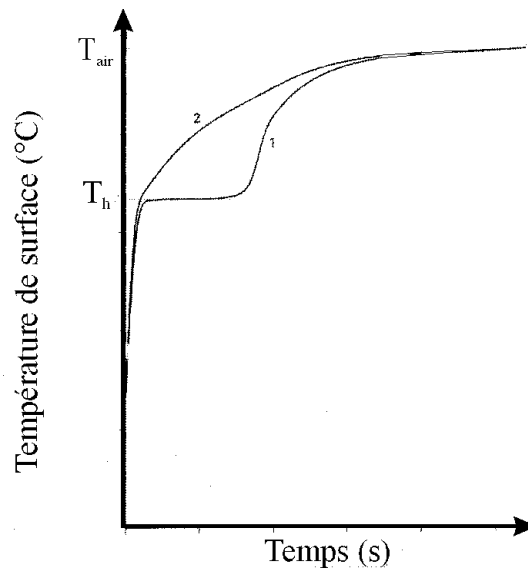


Figure II.9 : Évolution de la température de surface avec le temps dans le cas d'un séchage (1) avec ou (2) sans phase isenthalpique (Puiggali, 1993).

## 5. Modélisation simplifiée

Dans une première approche de modélisation, on peut envisager séparément les périodes à flux constant et à flux décroissant, et décrire les mécanismes de transfert de matière et de chaleur qui sont rencontrés.

### 5.1. Période à flux constant

Comme expliqué au paragraphe 3.2.1, les résistances au transfert pendant cette période sont presque exclusivement confinées dans une couche limite à la surface du matériau humide (Figure II.10). La nature et la structure interne du solide n'interviennent pas. Dans ce cas, les flux de matière (Éq. II.8) et de chaleur (Éq. II.9) peuvent être exprimés comme le produit d'un coefficient de transfert ( $k$  ou  $h$ ) et d'un potentiel moteur au transfert. Le flux de chaleur est lié au flux de matière via la chaleur latente de vaporisation (Éq. II.10). L'apport de chaleur par radiation ou conduction est négligé dans cette approche

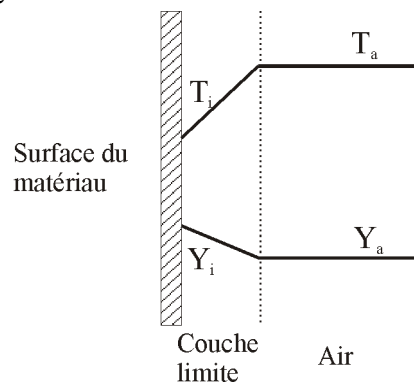


Figure II.10 : Illustration de la couche limite à la surface du matériau humide.

$$F = k\rho_a(Y_i - Y_a) \quad (\text{II.8})$$

$$Q = h(T_a - T_i) \quad (\text{II.9})$$

$$Q = F\Delta H_{\text{vap}} \quad (\text{II.10})$$

A l'interface, on fait l'hypothèse d'un équilibre thermodynamique local : la teneur en humidité de l'air et la température sont liées. Dans le cas où l'activité de l'eau vaut 1, la température qui règne à l'interface est la température humide et l'humidité correspond à la teneur de saturation. Pendant la période de séchage à flux constant, l'expression du flux devient donc :

$$F_c = k\rho_a(Y_{\text{sat}}(T_h) - Y_a) \quad (\text{II.11})$$

L'Éq. II.11 montre qu'une augmentation du flux peut donc être provoquée par :

- une augmentation du coefficient de transfert ;
- une diminution de la teneur en humidité de l'air de séchage ;
- une augmentation de la température humide.

Les coefficients de transferts de chaleur et de matière peuvent être déterminés à partir de la mesure du flux pendant cette période contrôlée par les résistances extragranulaires (cf. Éq. II.8 et II.9).

Lorsque l'activité de l'eau devient inférieure à 1, on peut observer que la température à l'interface augmente et que le potentiel moteur diminue suite à l'abaissement de la teneur en humidité à l'interface. Progressivement les résistances intragranulaires deviennent limitantes.

## 5.2. Période à flux décroissant

### 5.2.1. Modes de transport de l'eau

Durant la période à flux décroissant, la structure du matériau détermine la manière dont le transport de l'eau (sous forme liquide ou vapeur) s'effectue. Les deux principaux mécanismes sont la diffusion et la capillarité. En général un mécanisme prédomine à un temps donné, mais différents mécanismes peuvent se succéder dans le temps.

Dans le cas de systèmes homogènes où les phases solide et liquide sont mutuellement solubles (savons, colles, pâtes, gélatine,...), le transport s'effectue par diffusion. On peut également inclure dans cette catégorie les matériaux dont les pores sont suffisamment fins ( $r_p < 0.1 \mu\text{m}$ ) pour lesquels le liquide est réparti uniformément et les matériaux fibreux. Bien que le transport de l'eau puisse être très complexe dans cette dernière catégorie (forces osmotiques, capillaires,...), il est assimilé à de la diffusion pour la modélisation (Vanderschuren, 2000). Le transport s'effectue aussi par

diffusion lors de la fin du séchage de certains matériaux comme l'argile, l'amidon, la farine, le papier, le bois, ... Les modèles utilisés se basent sur la loi de Fick (Éq. II.12).  $J$  est le flux en  $\text{kg/m}^2\text{s}$ ,  $D$  le coefficient de diffusion en  $\text{m}^2/\text{s}$  et  $C$  la concentration en  $\text{kg/m}^3$ .

$$J = -D\nabla C \quad (\text{II.12})$$

Dans les milieux granulaires ou capillo-poreux ( $r_p > 0.1$  à  $1 \mu\text{m}$ ), le transfert de liquide est assuré par capillarité (papier, textile, sable, briques,...). Le transfert de liquide obéit à la loi de Darcy (Éq. II.13). Le mouvement de l'eau s'effectue dans le sens des pressions négatives croissantes, c'est-à-dire vers les zones où le liquide est en tension.  $K$  est la perméabilité en  $\text{m}^2$ ,  $\mu$  la viscosité dynamique en  $\text{Pa}\cdot\text{s}$ ,  $\rho$  la masse volumique en  $\text{kg/m}^3$  et  $P_l$  la pression de liquide en  $\text{Pa}$ .

$$J = -\rho \frac{K}{\mu} \nabla P_l \quad (\text{II.13})$$

Quand l'eau se trouve sous forme de vapeur, son déplacement peut s'effectuer par diffusion (receding front) ou diffusion-sorption dans le cas de vapeur d'eau liée.

Historiquement, les premières études sur le séchage ne considéraient que le mode de transport par diffusion suivant la loi de Fick (Lewis, 1921 ; Sherwood, 1929). Quelques années plus tard, notamment sous l'impulsion des recherches dans le domaine de la physique des sols, le transport de liquide lors du séchage de matériaux poreux a été attribué à la capillarité (Comings et Sherwood, 1934). Ceaglske et Hougen (1937) ont émis des restrictions quant à l'utilisation du concept de diffusion de liquide et ils ont affirmé que le transport d'eau est induit par des gradients de pression dans les solides granulaires.

Le mécanisme de transport d'eau par diffusion est souvent utilisé en modélisation même si certaines réserves peuvent être émises sur le sens physique d'un tel mécanisme.

### 5.2.2. Modélisation

Dans une première approche, la zone de séchage à flux décroissant peut être modélisée par des lois comportementales simples. Le modèle décrit par l'Éq. II.14 exprime que la décroissance du flux observée sous la teneur en eau critique  $W_{\text{crit}}$  est reliée par une loi de puissance à la réduction de la teneur en eau. Cette écriture permet de rendre compte, de manière simple, de la cinétique de séchage de différents types de produits séchés dans diverses configurations (Nadeau et Puiggali, 1995).

$$F = F_c(T, HR, v) \left( \frac{W - W_{\text{éq}}}{W_{\text{crit}} - W_{\text{éq}}} \right)^\beta \quad (\text{II.14})$$

L'écriture et l'intégration des bilans complets de matière et de chaleur ont été largement étudiées dans le cas de solides rigides. Depuis les premiers travaux de Lewis (1921) jusqu'à ce jour, des modèles phénoménologiques de plus en plus élaborés ont été proposés par différents auteurs. Luikov (1966) a appliqué la thermodynamique des phénomènes irréversibles pour modéliser le transfert couplé de chaleur et de matière dans un milieu poreux. Plus tard, il proposa un modèle à deux zones dans le cas de solides capillo-poreux qui développent une zone sèche en surface (receding front model) (Luikov, 1975). Pour la détermination des coefficients de transfert de masse, Suzuki et Maeda (1968) formulèrent un modèle tenant compte de la coexistence de zones sèches et humides à la surface du matériau. Krisher et Kast (1978) ont proposé un modèle 'multi-mécanisme' en considérant que le transfert d'eau s'effectue par capillarité et par diffusion en phase gazeuse. La théorie de la prise de moyenne sur un volume élémentaire représentatif a été introduite dans le domaine du séchage par Whitaker (1977). Perré a développé des outils mathématiques adaptés à cette théorie (Perré et Degiovanni, 1990 ; Perré et Turner, 1999).

La plupart de ces modèles postule que la surface externe du matériau est constante. Or, les boues sont un matériau particulièrement déformable et subissent un important retrait. La modélisation du séchage de produits subissant des déformations est plus complexe car elle nécessite l'intégration des aspects mécaniques. Bien qu'il soit établi que la prise en compte du retrait soit essentiel, les développements dans ce domaine sont à la fois récents et relativement peu nombreux. Ce genre d'approche a été notamment utilisée dans le domaine des polymères, des sols, des argiles (Ketelaars et al., 1992) et des gels (Bogdanis, 2001). Toutefois, pour les milieux complexes et cellulaires comme les produits agroalimentaires, dans lesquels on peut classer les boues, cette analyse est très ardue (Ratti, 1994). Sjöholm et Gekas (1995) ont, par exemple, contourné les aspects mécaniques en incorporant le changement de volume dans le coefficient de diffusion dans le cas de séchage de tranches de pommes.

La description et la prise en considération du retrait sont indispensables dans cette étude. Le paragraphe suivant décrit le phénomène de retrait.

## 6. Le phénomène de retrait

Lors d'une opération de séchage thermique, certains matériaux se comportent comme des matériaux rigides alors que d'autres se contractent et subissent un retrait. Pour la première catégorie, toute l'eau évacuée est remplacée par de l'air et le matériau final est poreux (brique, aérogel, argiles à faible teneur en eau,...). Pour la seconde catégorie, les éléments constituant l'édifice solide se resserrent sous l'influence de forces internes (xérogels, argiles à haute teneur en eau,...). Cette contraction est appelée retrait qui est défini comme le rapport entre le volume et le volume initial. Le retrait est qualifié de libre lorsque le matériau se contracte librement sous l'influence de conditions externes homogènes. Le retrait est dit idéal ou total lorsque la diminution de volume correspond exactement au volume d'eau évaporé : le matériau se comporte comme un milieu poreux saturé, c'est-à-dire qu'aucune porosité ne se développe, l'eau occupant tous les pores de la matrice solide. La contraction est alors caractérisée par une relation linéaire entre le retrait et la teneur en eau sur base sèche. La majorité des



solides pâteux présentent un comportement intermédiaire : le retrait est idéal tant que la matrice solide demeure déformable, et s'arrête lorsque la matrice atteint un certain seuil de rigidité.

Brinker et Scherer (1990) décrivent en détail le mécanisme de retrait dans les gels, auxquels les boues peuvent être assimilées dans une certaine mesure. Les éléments principaux de cette description adaptés aux boues sont repris ici. Plusieurs phénomènes peuvent être à l'origine du retrait : réactions chimiques (réactions de condensation), forces osmotiques, forces répulsives (double couche électronique) ou forces capillaires. Dans le cas des boues, il semble que les forces capillaires soient les principales responsables du retrait. En effet, lors du séchage, on peut penser que le phénomène majeur qui se produit est un départ d'eau et que l'on peut négliger des réactions chimiques ou des forces osmotiques. Le départ d'eau met en jeu des tensions superficielles comme expliqué dans les paragraphes suivants.

L'existence d'une interface est associée à une énergie superficielle. Dans le cas d'un liquide en contact avec une phase gazeuse, les molécules en surface possèdent une énergie plus importante car une partie des forces de cohésion n'est pas équilibrée. Ce déséquilibre provoque l'attraction des molécules de surface vers l'intérieur afin de minimiser l'énergie du système. Lorsque trois phases sont en contact (liquide, solide et gaz), le système va évoluer de manière à minimiser son énergie. Examinons le cas d'un film d'eau sur une surface solide. Comme illustré par la Figure II.11, il y a deux interfaces caractérisées par une énergie différente, solide-liquide ( $\gamma_{sl}$ ) et liquide-gaz ( $\gamma_{lg}$ ).

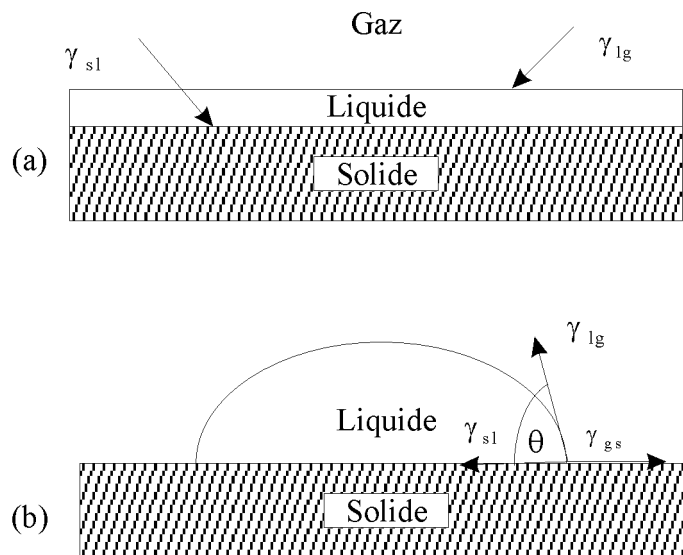


Figure II.11 : Étalement d'un film d'eau sur une surface solide – a) liquide mouillant  
b) liquide non mouillant - illustration de l'angle de contact.

Lors de l'étalement du film sur la surface, une partie de l'interface solide-gaz va être remplacée par une double interface avec le changement d'énergie suivant :

$$\Delta E = \gamma_{ls} + \gamma_{lg} - \gamma_{gs} \quad (\text{II.15})$$

Si la variation est négative, le film va s'étaler spontanément. Dans le cas contraire, l'interface va être caractérisée par un angle de contact  $\theta$  de manière à équilibrer les forces en présence :

$$(\Delta E = 0) : \gamma_{gs} = \gamma_{ls} + \gamma_{lg} \cos \theta \quad (\text{II.16})$$

Si  $\theta$  est  $\leq 0$ , le liquide est mouillant (cas du film,  $\theta = 0$ ). La montée d'un liquide dans un capillaire répond à cette minimisation de l'énergie par le remplacement de l'interface gaz-solide par une interface liquide-solide. Le gain d'énergie est le suivant :  $2\pi r h (\gamma_{gs} - \gamma_{ls})$ ,  $r$  est le rayon du capillaire et  $h$  la hauteur de montée du liquide. Le liquide effectue un travail égal à  $P_c \Delta V$ ,  $P_c$  est la pression capillaire et  $\Delta V$  le volume de liquide déplacé. Le bilan énergétique donne :

$$P_c \Delta V = 2\pi r h (\gamma_{gs} - \gamma_{ls}) \quad (\text{II.17})$$

En introduisant l'expression du volume et en utilisant l'Éq. II.17, on obtient l'expression de la pression capillaire (Éq. II.18). Le fait qu'elle soit négative indique que le liquide est en tension dans le capillaire.

$$P_c = -\frac{2\gamma_{lg} \cos(\theta)}{r} \quad (\text{II.18})$$

D'autre part, Laplace a montré qu'il existe une différence de pression entre les deux côtés d'un ménisque à une interface liquide-gaz, la pression la plus faible régnant du côté convexe.  $R$  étant le rayon de courbure, dans le cas d'un ménisque hémisphérique cette différence vaut :

$$\Delta P = \frac{2\gamma_{lg}}{R} \quad (\text{II.19})$$

La comparaison des Éq. II.18 et II.19 montre que dans un capillaire, le ménisque est hémisphérique avec un rayon de courbure valant  $r/\cos(\theta)$ .

Lors du séchage d'un produit poreux, si on imagine que le matériau devient insaturé en surface suite au départ d'eau, le liquide restant va être mis en tension suite au développement d'une pression capillaire. La mise en tension du liquide a deux conséquences. La première est la contraction du solide qui supporte la tension et la seconde est le transport d'eau de l'intérieur du matériau vers l'extérieur conformément au gradient de pression. Le retrait est donc la conséquence du développement de pressions capillaires non négligeables, ce qui est le cas pour des pores de petits diamètres (Éq. II.17). L'importance du retrait va dépendre des propriétés de compression du solide. En effet, au cours du séchage, la matrice solide a tendance à se rigidifier de telle manière que le retrait s'arrête avant la fin de l'élimination de l'eau.

Ce chapitre a posé les bases des notions utiles lors de l'étude du séchage d'un produit en général. Dans la suite du travail, les courbes présentées sont celles dites de 'Krischer' et sont appelées courbes de flux de séchage ou de flux matériel.

## 7. Références

Anderson, R., "Modifications of the BET equation," *J. Am. Chem. Soc.*, **68**, 689-691 (1946).

ASAE, *ASAE Standard*, D245.5 American Society of Agricultural Engineers, St. Joseph, Michigan (1996).

Bogdanis, E., *Modélisation des transports de chaleur et de matière lors du séchage d'un milieu élastique ou viscoélastique. Résolution par des méthodes aux éléments finis.*, Thèse de doctorat, Université de Pau et des pays de l'Adour (2001).

Bongiovanni, J.-M., *Traitement des boues résiduaires par l'association en série d'une déshydratation mécanique et d'un séchage thermique*, Thèse de doctorat, Université de Pau et des Pays de l'Adour (1998).

Brinker, C. J., et Scherer, G. W., *Sol-Gel Science. The physics and chemistry of sol-gel processing*, Academic Press, Inc. San Diego (1990).

Brunauer, S., Deming, L. S., Deming, W. S., et Teller, E., "On a theory of the van der Waals adsorption of gases," *J. Am. Chem. Soc.*, **62**, 1723-1732 (1940).

Brunauer, S., Emmet, P. H., et Teller, E., "Adsorption of gases in multimolecular layers," *J. Am. Chem. Soc.*, **60**, 309-319 (1938).

Caeglske N., et Hougen, O. A., "Drying granular solids," *Ind. Eng. Chem.*, **29**, 805-813 (1937).

Chung, D. S., et Pfoest, H. B., "Adsorption and desorption of water vapor by cereal grains and their products," *Trans. ASAE*, **10**, 552-575 (1967).

Comings, E. W., et Sherwood, T. K., "The drying of solids VII," *Ind. Eng. Chem.*, **26**, 1096-1098 (1934).

Coumans, W. J., "Models for drying kinetics based on drying curves of slabs," *Chem. Eng. Process.*, **39**, 53-68 (2000).

de Boer, J. H., *The dynamic character of adsorption*, Clarendon Press : Oxford, UK (1953).

Geankoplis, C. J., *Transport processes and unit operations*, Prentice-Hall : Englewood Cliffs, New Jersey (1993).

Guggenheim, E., *Applications of statistical mechanics*, Clarendon Press : Oxford, UK (1966).

- Halsey, G., "Physical adsorption on non-uniform surfaces," *J. Chem. Phys.*, **16**, 931 (1948).
- Harkins, W., et Jura, G., "Surfaces of solids. XIII. A vapor adsorption method for the determination of the area of a solid without the assumption of a molecular area, and the areas occupied by nitrogen and other molecules on the surface of a solid," *J. Am. Chem. Soc.*, **66**, 1366 (1944).
- Henderson, S. M., "A basic concept of equilibrium moisture," *Agric. Eng.*, **33**, 29-32 (1952).
- Keey, R. B., *Introduction to industrial drying operations*, Pergamon Press : Oxford (1978).
- Kemp, I. C., Fyrh, B. C., Laurent, S., Roques, M. A., Groenewold, C. E., Tsotsas, E., Sereno, A. A., Bonazzi, C., Bimbenet, J. J., et Kind, J. J., "Methods for processing experimental drying kinetics data," *Drying Technol.*, **19**, 15-34 (2001).
- Ketelaars, A. A. J., Jomaa, W., Puiggali, J. R., et Coumans, W. J., Drying shrinkage and stresses. Dans : Elsevier Science Publishers : (1992).
- Krischer, O., et Kast, W., *Die Wissenschaftlichen Grundlagen der Trocknungstechnik*, Springer : Berlin (1978).
- Kuhn, I., "Generalized potential theory of adsorption," *J. Colloid Sci.*, **23**, 563 (1967).
- Labuza, T. P., *Moisture sorption : Practical aspects of isotherm measurement and use*, American Association of Cereal Chemists, St Paul, MN (1984).
- Langmuir, I., "The adsorption of gases on plane surfaces of glass," *J. Am. Chem. Soc.*, **40**, 1361-1402 (1918).
- Lecloux, A. J., Texture of catalysts. Dans : *Catalysis : Science and Technology vol. 2*, Anderson, J R et Boudart, M., édés. ; Springer : Berlin; pp.171 (1981).
- Lewis, W. K., "The rate of drying of solid materials," *The Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, **13**, 427-438 (1921).
- Luikov, A. V., *Heat and mass transfer in capillary-porous bodies*, Pergamon Press : Oxford (1966).
- Luikov, A. V., "Systems of differential equations of heat and mass transfer in capillary-porous bodies," *Int. J. Heat Mass Transfer*, **18**, 1-14 (1975).
- Maskan, M., et Göğüs, F., "The fitting of various models to water sorption isotherms of pistachio nut paste," *J. Food Eng.*, **33**, 227-237 (1997).
- Nadeau, J.-P., et Puiggali, J. R., *Séchage. Des processus physiques aux procédés industriels*, Technique et Documentation - Lavoisier : Paris (1995).

- Oswin, G. R., "The kinetics of package life," *Int. Chem. Ind.*, **65**, 419 (1946).
- Perré, P., et Degiovanni, A., "Simulation par volumes finis des transferts couplés en milieux poreux anisotropes: séchage du bois à basse et haute température," *Int. J. Heat Mass Transfer*, **33**, 2463-2478 (1990).
- Perré, P., et Turner, I., "A 3D version of Transpore : A comprehensive heat and mass transfer computational model for simulating the drying of porous media," *Int. J. Heat Mass Transfer*, **42**, 4501-4521 (1999).
- Puiggali, J. R., Drying. Dans : *Encyclopaedia of food science, food technology and nutrition*, Mc Rae, R, Robinson, R. K., et Sadler, M. J., éd. ; Academic Press : London; pp.1456-1480 (1993).
- Ratti, C., "Shrinkage during drying of foodstuffs," *J. Food Eng.*, **23**, 101-105 (1994).
- Rolf, E., et Halde, "Sewage sludge characterization by vacuum drying," *Filtr. Separat.*, **May/June**, 238-242 (1979).
- Sherwood, T. K., "The drying of solids-I," *Ind. Eng. Chem.*, **21**, 12-16 (1929).
- Sherwood, T. K., "The air drying of solids," *Trans. Am. Inst. Chem. Engrs.*, **32**, 150-168 (1936).
- Sjoholm, I., et Gekas, V., "Apple shrinkage upon drying," *J. Food Eng.*, **25**, 123-130 (1995).
- Smith, S. E., "Sorption of water vapor by proteins and high polymers," *J. Am. Chem. Soc.*, **69**, 646 (1947).
- Smollen, M., "Evaluation of municipal sludge drying and dewatering with respect to sludge volume reduction," *Wat. Sc. Tech.*, **22**, 153-161 (1990).
- Suzuki, M., et Maeda, S., "On the mechanism of drying of granular beds, mass transfer from discontinuous source," *J. Chem. Eng. Jpn.*, **1**, 26-31 (1968).
- Tsami, E., Maroulis, Z. B., Marinos-Kouris, D., et Savaracos, G. D., "Heat sorption of water in dried fruits," *Int. J. Food Sci. Tech.*, **25**, 350-359 (1990).
- Tsang, K. R., et Vesilind, P. A., "Moisture distribution in sludges," *Wat. Sc. Tech.*, **22**, 135-142 (1990).
- Vanderschuren, J., "Les principes fondamentaux du séchage," *Le Séchage : État De La Question, SRBII, Comité Valorisation & Technologie Des Solides*, 30 Mars 2000, 2000.
- Veltchev, Z. N., et Menkov, N. D., "Desorption isotherms of apples," *Drying Technol.*, **18**, 1127-1137 (2000).

Vesilind, P. A., et Martel, C. J., "Freezing of water and wastewater sludges," *J. Environ. Eng. -ASCE*, **116**, 854-861 (1989).

Whitaker, S., Simultaneous heat, mass and momentum transfer in porous media : a theory of drying. Dans : *Advances in Drying*, HPC : New York ; Vol.1, pp.23-61 (1977).

## CHAPITRE III. MATÉRIELS ET MÉTHODES

---

La première partie de ce chapitre est consacrée à la description des différentes méthodes utilisées au cours du travail pour caractériser la boue, soit liquide, pâteuse (après déshydratation) ou sèche. La seconde partie décrit la stratégie de conditionnement et de déshydratation de la boue. La fin du chapitre présente les équipements servant au suivi du séchage proprement dit, le microsécheur convectif et le microtomographe à rayons X, ainsi que les outils et méthodes utilisés pour traiter les résultats.

### 1. Méthodes de caractérisation de la boue

#### 1.1. Teneur en matières sèches ou siccité (MS)

Cette mesure s'effectue par la mise en place de l'échantillon dans une étuve à 105°C durant 24 h (APHA et al., 1985). Connaissant la masse initiale et la masse finale après perte d'eau, la teneur en matières sèches est calculée.

#### 1.2. Teneur en matières volatiles (MSV)

Le résidu sec obtenu lors de la mesure de la matière sèche est broyé et porté pendant 2 heures dans un four à moufle à 550°C. Connaissant la masse initiale et la masse finale, la teneur en matières volatiles rapportées à la matière sèche est calculée.

Pour la majorité des boues, la détermination des matières volatiles est une évaluation approchée de la matière organique (Degrémont, 1989).

#### 1.3. Porosimétrie au mercure

Le principe de la porosimétrie au mercure repose sur l'équation de Washburn (Éq. III.1) (Washburn, 1921) qui relie la pression externe appliquée sur le mercure ( $P$ ), liquide non-mouillant, au diamètre des pores ( $d_p$ ) qui sont intrudés par celui-ci.  $\sigma$  est la tension superficielle du mercure ( $0.48 \text{ Nm}^{-1}$ ) et  $\theta$  l'angle de contact du mercure sur les parois des pores ( $140^\circ$ ). Les mesures sont réalisées dans un porosimètre Carlo Erba 2000 (CE Instruments, USA, précédemment Carlo Erba) pour des pressions situées entre 0.1 et 200 MPa. Les macropores de grande taille ( $15 \mu\text{m} < d_p < 150 \mu\text{m}$ ) sont mesurés auparavant dans un porosimètre manuel travaillant sous la pression atmosphérique (0.01 à 0.1 MPa). La gamme de pression utilisée permet théoriquement d'accéder aux pores de diamètres situés entre 7.5 nm et 150  $\mu\text{m}$ . Avant d'utiliser la théorie de Washburn, il faut s'assurer que le phénomène observé correspond à de l'intrusion et non à de l'écrasement (Alié et al., 2001).

$$P = -\frac{4\sigma \cos \theta}{d_p} \quad (\text{III.1})$$

#### 1.4. Isotherme d'adsorption-désorption d'azote

Les mesures des isothermes d'adsorption d'azote sont effectuées à 77 K (Micrometrics ASAP 2010M de Micrometrics Inst. Co., UK et Fisons Sorptomatic 1990 de Fisons Instruments, USA). Les points de l'isotherme sont enregistrés lorsque la variation de pression pendant un intervalle de temps donné est inférieure à une déviation déterminée. Les données sont traitées selon différentes méthodes : théorie BET (Brunauer et al., 1938), diagramme-t (Lecloux et al., 1979), distribution de Broekhoff-de Boer (Broekhoff et al., 1967).

#### 1.5. Isothermes de sorption à l'eau

La méthode des solutions salines est utilisée pour déterminer les isothermes. A l'équilibre, une pression partielle en eau caractéristique règne au-dessus de solutions saturées de sels ou de solutions d'acide. Cette teneur en humidité de l'air est fonction uniquement de la température et de la nature du sel ou de la concentration de l'acide. Différents sels sont choisis de manière à balayer au mieux la gamme des humidités relatives entre 0 et 100%. Ces solutions saturées sont disposées dans des récipients étanches à l'intérieur desquels on pose l'échantillon sur une grille maintenue au-dessus de la solution. Les récipients reposent dans une étuve à une température contrôlée. Une fois l'équilibre atteint, les échantillons sont pesés. On détermine ensuite la teneur en matières sèches des échantillons. Connaissant cette valeur et la perte d'eau durant l'expérience, le calcul de la teneur d'eau à l'équilibre peut être effectué. Pour éviter des changements de concentration des solutions (libération d'eau par l'échantillon), la masse de solution doit être de deux ordres supérieure à la masse de l'échantillon.

La méthodologie adoptée est celle issue du projet COST 91 (Labuza, 2002). La température est fixée à 25°C et la durée du test est de à trois semaines pour les humidités relatives supérieures à 75% et de dix jours pour les autres. L'échantillon est pesé uniquement au début et à la fin du test et enfin aucun mélange de l'air contenu dans le récipient n'est effectué (conditions statiques). Le seul écart à ce standard est le prolongement du temps de séjour de l'échantillon à trois semaines pour toute la gamme d'humidité. Les dix jours mentionnés constituent en fait un seuil minimal. Les taux d'humidité réalisés sont repris au Tableau III.1.



**Tableau III.1 : Solutions salines saturées utilisées pour la détermination des isothermes de sorption et taux d'humidité correspondants**

HUMIDITÉ RELATIVE	
À 25°C (%)	
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> à 98%	≈ 0
MgCl <sub>2</sub>	32.8
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	43.2
NaBr.2H <sub>2</sub> O	58.0
NaNO <sub>2</sub>	64.3
H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	76.0
K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	88.0
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	80.3
NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	93.1
Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	95.0

## 1.6. Rhéologie

La rhéologie est une discipline qui traite de l'écoulement et des déformations des matériaux sous l'action de contraintes de cisaillement. Elle s'est surtout spécialisée dans l'étude des matériaux viscoélastiques, dont le comportement est intermédiaire entre celui des solides élastiques et celui des fluides newtoniens : pâtes, boues, suspensions, émulsions,...

Beaucoup de travaux ont été réalisés sur la rhéologie des boues liquides en relation soit avec l'efficacité du conditionnement et de la déshydratation mécanique (Dick et al., 1967 ; Abu-Orf et al., 1997 ; Dentel, 1997 ; Moeller et al., 1997 ; Yen et al., 2002), soit avec le dimensionnement de systèmes de pompage nécessitant le calcul de pertes de charges (Slatter, 2001). En revanche, à notre connaissance, peu d'études ont été réalisées sur les boues pâteuses (Poitou et al., 1997). Une thèse publiée en 2001 sur la rhéologie et la physico-chimie des boues pâteuses pour l'étude de leur stockage et de leur épandage peut être considérée comme le premier travail d'ampleur dans ce domaine (Baudez, 2001).

### 1.6.1. Principe de la rhéologie

Tout solide soumis à une contrainte de cisaillement,  $\tau$  (Pa), est le siège d'une déformation  $\gamma$  (-). L'objet de la rhéologie est la détermination expérimentale de la loi de comportement ou équation rhéologique  $\gamma = f(\tau)$  qui relie cette déformation de cisaillement et la contrainte qui lui a donné naissance. Cette relation dépend des propriétés et de la nature du matériau.

Les boues, comme la majorité des matériaux, présentent un comportement intermédiaire entre deux cas extrêmes : le liquide parfaitement visqueux et le solide parfaitement élastique. Un liquide parfaitement visqueux possède une viscosité constante  $\mu$  (Pa.s) quelle que soit la vitesse de déformation  $\dot{\gamma}$  ( $s^{-1}$ ). Il obéit à la loi de Newton (Éq. III.2) :

$$\mu = \mu_0 = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad \frac{d\gamma}{dt} = \frac{\tau}{\mu_0} \quad (\text{III.2})$$

Par intégration de l'Éq. III.2, on obtient l'Éq. III.3 : un liquide garde en mémoire toutes les contraintes subies et la déformation subsiste lorsqu'on ramène la contrainte à zéro. Lorsque le liquide est soumis à une contrainte constante, le matériau s'écoule indéfiniment.

$$\gamma(t) = \frac{1}{\mu_0} \int_0^t \tau(t') dt' \quad (\text{III.3})$$

Dans un solide parfaitement élastique, la déformation croît linéairement avec la contrainte (Éq. III.4).  $J$  ( $\text{Pa}^{-1}$ ) est une constante appelée complaisance élastique. Cependant, on utilise souvent  $G$  ( $\text{Pa}$ ) =  $1/J$  appelé module de rigidité ou de cisaillement. On retrouve alors l'expression de la loi de Hooke (Éq. III.5). La déformation prend naissance instantanément dès qu'une contrainte est appliquée. Contrairement au liquide, le solide n'a aucune mémoire des contraintes antérieures. La déformation disparaît dès que la contrainte s'annule : la déformation est entièrement réversible.

$$\gamma(t) = J\tau(t) \quad (\text{III.4})$$

$$\tau(t) = G\gamma(t) \quad (\text{III.5})$$

Différentes méthodes peuvent être utilisées pour déterminer les propriétés de matériaux viscoélastiques. Les courbes de fluage ou de relaxation (respectivement l'application d'une contrainte ou d'une déformation constantes dans le temps) sont largement employées dans le domaine des polymères et des suspensions. Il est également possible d'opter pour une mesure de type dynamique au cours de laquelle on applique au matériau des déformations oscillantes. Cette technique est celle retenue dans ce travail. Elle permet d'accéder aux composantes visqueuses et élastiques du matériau de la manière présentée ci-dessous.

### 1.6.2. Mesure des propriétés rhéologiques par déformations oscillantes

Lorsqu'un matériau est déformé de façon sinusoïdale (Éq. III.6), les contraintes mesurées sont également sinusoïdales mais décalées selon un angle de déphasage  $\delta$  (Éq. III.7). Le niveau de déformation doit être suffisamment faible de façon à se situer dans la zone de viscoélasticité linéaire du matériau. Dans cette zone, le principe de superposition de Boltzmann est respecté : la déformation subie lors de l'application d'un somme de contraintes est égale à la somme des déformations que le matériau

subirait s'il était soumis isolément à chaque contrainte. L'angle de déphasage  $\delta$  est nul pour un solide parfait (déformation en phase avec la contrainte), vaut  $90^\circ$  pour un liquide idéal (contrainte en phase avec la vitesse de cisaillement) et adopte des valeurs intermédiaires pour un matériau viscoélastique.

$$\gamma(t) = \gamma_0 \cos(\omega \cdot t) \quad (\text{III.6})$$

$$\tau(t) = \tau_0 \cos(\omega \cdot t + \delta) \quad (\text{III.7})$$

Expérimentalement, on mesure la contrainte en phase avec la déformation ( $\tau'(t)$ ) et la contrainte déphasée de  $90^\circ$  ( $\tau''(t)$ ) (Éq. III.8). A partir de cette mesure, on peut obtenir le module élastique ( $G'$ ) et le module visqueux ( $G''$ ) (Éq. III.9). Le premier est nul dans le cas d'un liquide newtonien, le second dans le cas d'un solide parfaitement élastique.

$$\tau(t) = \tau'(t) + \tau''(t) = \tau_0' \sin(\omega t) + \tau_0'' \cos(\omega t) \quad (\text{III.8})$$

$$\tau = G' \gamma_0 \sin(\omega t) + G'' \gamma_0 \cos(\omega t) \quad (\text{III.9})$$

Pour faciliter les calculs, on emploie le formalisme des nombres complexes. On fait correspondre aux grandeurs réelles  $\tau(t)$  et  $\gamma(t)$  les grandeurs complexes suivantes :

$$\bar{\tau} = \tau_0 e^{i(\omega t + \delta)} \quad \text{et} \quad \bar{\gamma} = \gamma_0 e^{i\omega t} \quad (\text{III.10a}) \quad \text{et} \quad (\text{III.10b})$$

On introduit un module complexe  $\bar{G}$  tel que  $\bar{\tau} = \bar{G}(\omega) \bar{\gamma}(t)$ . Comme toute grandeur complexe,  $\bar{G}$  peut être décomposé en une partie réelle et imaginaire (Éq. III.11). Les parties réelle et imaginaire correspondent respectivement aux modules élastiques et visqueux définis par l'Éq. III.9. On peut montrer que la tangente de l'angle de déphasage (ou tangente de perte) vaut le rapport des modules visqueux et élastique (Éq. III.12). La détermination de  $\bar{G}$  suffit à caractériser complètement le matériau.

$$\bar{G}(\omega) = G'(\omega) + iG''(\omega) \quad (\text{III.11})$$

$$\text{tg } \delta = \frac{\tau_0''}{\tau_0'} = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)} \quad (\text{III.12})$$

On définit également une viscosité complexe (Éq. III.13).

$$\bar{\mu}(\omega) = \frac{\bar{\tau}}{\dot{\bar{\gamma}}} = -\frac{i\bar{\tau}}{\omega\bar{\gamma}} = -i \frac{\bar{G}(\omega)}{\omega} \quad (\text{III.13})$$

Différentes cellules possédant une partie fixe et une partie en rotation peuvent être utilisées pour la mesure : géométrie de Couette (cylindres coaxiaux), géométrie plan-plan (disques parallèles) et géométrie plan-cône. Les cylindres coaxiaux sont mal-

adaptés à l'étude des matériaux pâteux, c'est pourquoi la géométrie plan-plan qui permet le placement facile d'un échantillon de 'soft material' a été retenue (Macosko, 1994).

Une analyse rhéologique peut consister en l'étude de l'influence de l'amplitude de la déformation (ou de la contrainte), de la fréquence de déformation ou de la température sur les propriétés viscoélastiques.

### 1.6.3. Matériel et méthode

L'appareil utilisé est le Bohlin Rhéomètre CS (Bohlin, Royaume-Uni). Il fonctionne à contrainte imposée et non à déformation imposée ; le traitement des résultats demeurant identique. Les mesures sont réalisées à 20°C. L'amplitude de la contrainte est fixée à 100 Pa. À ce niveau de contrainte, le comportement de la boue est linéaire. Un balayage de fréquence entre 0,1 à 43 s<sup>-1</sup> est réalisé. La cellule utilisée pour la mesure est de type plan parallèle avec un entrefer fixé à 2 mm.

Le programme livré avec l'appareil permet l'acquisition des différentes grandeurs ( $G$ ,  $G'$ ,  $G''$ ,  $\mu$ ,  $\delta$ ,  $\varepsilon$ ) à chaque fréquence d'oscillation.

## 2. Conditionnement et filtration de la boue

L'opération de séchage étudiée dans ce travail est opérée sur un échantillon de boue déshydraté mécaniquement. Or, une boue déshydratée peut évoluer assez rapidement après prélèvement à la station (séchage superficiel) et il est quasi impossible de constituer un stock pour une série d'essais. Un approvisionnement régulier à la station selon les besoins était envisageable, mais il posait le problème de la reproductibilité des échantillons : la qualité des boues fluctue selon les caractéristiques des influents et le fonctionnement du procédé d'épuration (Urbain et al., 1993).

L'utilisation d'une boue synthétique de composition et de propriétés parfaitement contrôlées a été envisagée. Cependant, les boues réelles sont tellement complexes que la mise au point d'un matériau synthétique satisfaisant s'avère extrêmement ardue. Sanin et Vesilind (1996) ont mis au point une boue synthétique dans laquelle les microorganismes sont remplacés par des particules de latex-polystyrène. L'alginate tient le rôle des polymères exocellulaires. Du calcium est ajouté comme agent liant entre le latex polystyrène et l'alginate. Cette boue synthétique présente des propriétés proches de celles d'une boue réelle (Sanin et al., 1999) mais possède le désavantage d'être de fabrication coûteuse.

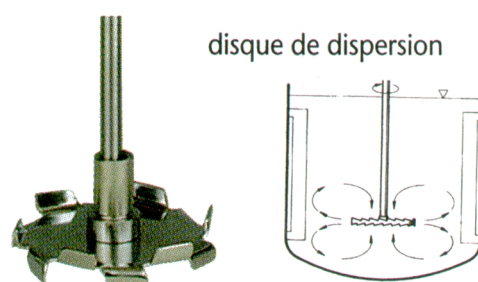
Pour ces raisons, notre choix s'est porté sur des boues réelles. Cependant, de manière à mieux maîtriser la siccité de la boue utilisée, nous avons fait le choix d'en prélever après l'étape d'épaississement afin de la conditionner et de la déshydrater au laboratoire. Les échantillons peuvent ainsi être produits au fur et à mesure des besoins de l'expérience selon une méthodologie déterminée. La boue liquide se conserve relativement bien pendant une à deux semaines au réfrigérateur.

## 2.1. Préparation du flocculant

Le flocculant utilisé (Zetag 7587 de Ciba) est un polymère cationique couramment utilisé par les exploitants de stations d'épuration (chap. I, § 2.2.2.1.). Il se présente sous forme solide et sa mise en solution doit être soigneusement contrôlée.

La préparation de la solution de polymère passe par quatre phases successives : la dispersion, l'hydratation, la dissolution et la maturation. La dispersion doit éviter la formation de blocs de polymère insolubles. Pour ce faire, le polymère est soumis à un fort cisaillement. L'étape d'hydratation aboutit à la formation d'un gel. Le gel hydraté se dissout ensuite sous l'effet de l'agitation et les chaînes de polymères se déploient entièrement pendant la maturation.

La solution de polymère ne doit pas être trop visqueuse afin de faciliter le mélange avec la boue. Dans la pratique, les solutions sont préparées à 4-6 g/l (Degrémont, 1989) et une post dilution les amène à environ 1 g/l avant le mélange avec les boues. Au laboratoire nous avons groupé les deux étapes et réalisé des solutions à 1 g/l. La mise en solution est réalisée dans un bécher de 2 litres dans lequel 800 ml d'eau sont versés. L'agitation est assurée par un mobile de dispersion (Bioblock, France), (Figure III.1).



**Figure III.1 : Mobile de dispersion utilisé pour la mise en solution du flocculant (Fisher Bioblock Scientific, 2002).**

Au départ, la vitesse du mobile de dispersion est fixée à 800 rpm. Le polymère (environ 0.8 g) est introduit au niveau du vortex afin de favoriser sa dispersion. Après 5 min, la vitesse d'agitation est réduite à 200 rpm. Ensuite, après 25 min l'agitation est coupée et la solution est prête à l'emploi. La durée de vie d'une solution est estimée à 24 h, délai au-delà duquel son efficacité est altérée. La préparation est renouvelée chaque jour d'essai.

## 2.2. Flocculation

La flocculation de la boue s'effectue dans un jar test (Flocculateur Jar Test standard, Bioblock, France). 400 ml de boue sont prélevés et placés dans un Berlin de 1 l. La quantité de solution de flocculant requise est introduite sous agitation à 120 rpm. Après une minute, l'agitation est poursuivie pendant 3 min à une vitesse réduite à 40 rpm.

## 2.3. Filtration

Une cellule de filtration sous pression normalisée (AFNOR, 1979) décrite ci-dessous a été spécialement réalisée pour les essais de déshydratation.

### 2.3.1. Description de la cellule de filtration

La cellule de filtration, en acier inoxydable, est de forme cylindrique comme indiqué sur la Figure III.2. Elle est composée de quatre parties distinctes : le piston, le socle, le corps de la cellule et le couvercle.

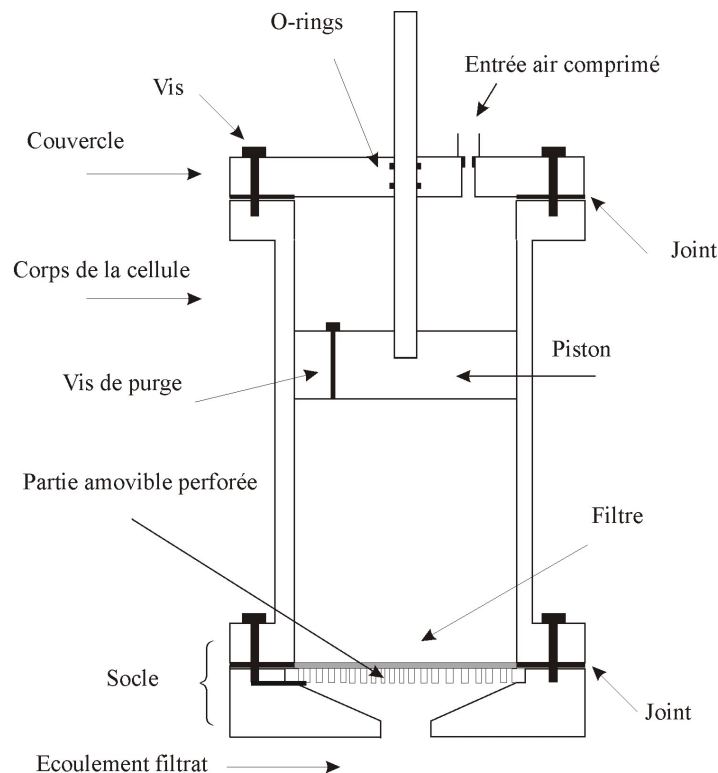


Figure III.2 : Cellule de filtration sous pression.

Le piston est composé d'une tige guide et d'une extrémité cylindrique de 70 mm de diamètre et de 40 mm de hauteur pourvue d'une vis de purge. Le socle comprend une partie amovible perforée permettant l'écoulement du filtrat. Le milieu filtrant (toile ou papier filtre) est disposé sur cette partie amovible. Le corps de la cellule est un cylindre creux dont le diamètre intérieur et la hauteur valent respectivement 70 mm et 270 mm. Le couvercle possède deux orifices. Le premier, au centre, est destiné au guide du piston. Le second orifice est une entrée pour l'injection de l'air sous pression. La fixation du corps au socle d'une part, et du couvercle au corps d'autre part, est assurée par deux fois quatre vis. L'étanchéité entre le corps et le couvercle d'une part et le corps et le socle d'autre part est garantie par deux joints en papier. Au niveau du piston, des O-rings disposés dans le trou central du couvercle empêchent les fuites d'air. Un manomètre permet la régulation de la pression d'entrée de l'air dans la cellule. L'air

comprimé est fourni par le réseau du bâtiment. Le filtre utilisé est en polypropylène (Filtre WA-PP-FS-0565-003-2250-00, ID Construct, Belgique). Le choix de ce filtre a été étudié lors d'un travail de fin d'études effectué au laboratoire (Joris, 2001).

### 2.3.2. Méthode

Après la mise en place du filtre, le corps de la cellule est fixé hermétiquement au socle. Ensuite, la suspension de boue est transférée dans la cellule de filtration immédiatement après la floculation. Le piston est introduit dans la cellule jusqu'au niveau de la solution, la vis de purge permettant l'expulsion de l'air pendant la descente du piston. Après le placement de la vis de la purge, le couvercle est mis en place et la pression adéquate est appliquée. Pendant la mise en place du piston, un certain volume de filtrat peut s'écouler sous l'effet de la gravité. Il s'agit du volume d'égouttage. La masse de filtrat récolté est pesée (balance BP 100 – précision 0.01g, Sartorius, Allemagne) et enregistrée toutes les 10 secondes sur un PC auquel la balance est reliée (liaison RS 232 – Logiciel Software Wedge, Sartorius). De manière à pouvoir comparer les essais, la durée de filtration a été fixée à une heure. Ce temps permet d'atteindre des siccités comparables aux unités de filtration réelles.

## 2.4. Stratégie de conditionnement

Afin de choisir les conditions optimales de conditionnement et de déshydratation, un plan expérimental a été conçu. Il s'agit d'un plan à trois niveaux dont les deux variables sont le  $\Delta P$  (perte de charge) de filtration et la dose de floculant (Tableau III.2). La gamme des pressions est limitée par la pression maximale du réseau d'air comprimé (600 kPa en relatif). Par sécurité, la borne maximale a été réduite à 500 kPa. Les valeurs étudiées correspondent à des  $\Delta P$  similaires à ceux rencontrés dans les filtres à bandes. La gamme de dosage de floculant étudiée a été choisie conformément aux situations réelles les plus courantes (chap. I, § 2.2.2.2.C). Compte tenu des coûts relatifs des opérations de déshydratation mécanique et de séchage, l'objectif est d'atteindre un gâteau le plus sec possible. Les échantillons obtenus vont en outre être séchés afin de déterminer l'influence éventuelle de l'étape de conditionnement et de déshydratation sur le séchage.

**Tableau III.2 : Plan expérimental de conditionnement-filtration**

PRESSION	DOSE FLOCULANT		
	3 g/kg MS	6 g/kg MS	9 g/kg MS
100 kPa	1	2	3
300 kPa	4	5	6
500 kPa	7	8	9

## 2.5. Traitement des résultats

Les expériences vont être traitées sur deux plans différents. D'une part, la caractérisation du gâteau va fournir des informations sur la performance de la déshydratation (siccité obtenue) et sur la texture de la boue (rhéologie). D'autre part, l'analyse des données de filtration permet de déterminer deux grandeurs caractéristiques de la boue : la résistance spécifique à la filtration (RSF) et le coefficient de compressibilité (s). L'obtention de ce dernier nécessite de travailler sous différents  $\Delta P$ .

### 2.5.1. Détermination de la résistance spécifique à la filtration (RSF)

L'intérêt de la détermination de la RSF est double. Premièrement, la RSF permet d'évaluer l'efficacité du conditionnement. En effet, une filtration est d'autant plus rapide que la résistance spécifique est faible. Une boue brute, non floculée, oppose une résistance élevée, supérieure à  $10^{14}$ - $10^{15}$  m/kg (Degrémont, 1989 ; Kopp et al., 2001). La stratégie de conditionnement a pour but la réduction de la résistance spécifique à la filtration en jouant sur le choix du floculant et sur son dosage. En pratique, on considère que, pour des boues qui contiennent au départ entre 3 et 5% de matières sèches, il est nécessaire d'atteindre des résistances spécifiques inférieures à  $10^{13}$  m/kg (sous 700 kPa) pour justifier une filtration sous pression à l'échelle industrielle. Dans le cas d'un simple filtre à tambour rotatif la résistance doit être inférieure à  $10^{11}$  m/kg (sous 50 kPa). Deuxièmement, la RSF est utilisée lors des calculs de dimensionnement des filtres industriels.

Lors d'une filtration à  $\Delta P$  constante, il existe une relation linéaire entre le rapport 'temps de filtration sur le volume de filtrat'  $t/V_1$  et le volume de filtrat  $V_1$ . Cette relation est appelée droite de Carman (Éq. III.14). La pente de la droite est une mesure de la résistance à la filtration (RSF) alors que le terme indépendant inclut la contribution de la pré-couche et du support. L'obtention de cette expression est basée sur l'application de la loi de Darcy pour l'écoulement du filtrat. On pose l'hypothèse que le gâteau peut être assimilé à un lit de petites particules et que la résistance à l'écoulement est provoquée par le frottement du liquide à la surface des particules (Ulmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 1988).

$$\frac{t}{V_1} = \frac{RSF K'_c \mu_1}{2A^2(-\Delta P)} V_1 + \frac{RSF K'_c \mu_1 V_{10}}{A^2(-\Delta P)} \quad (\text{III.14})$$

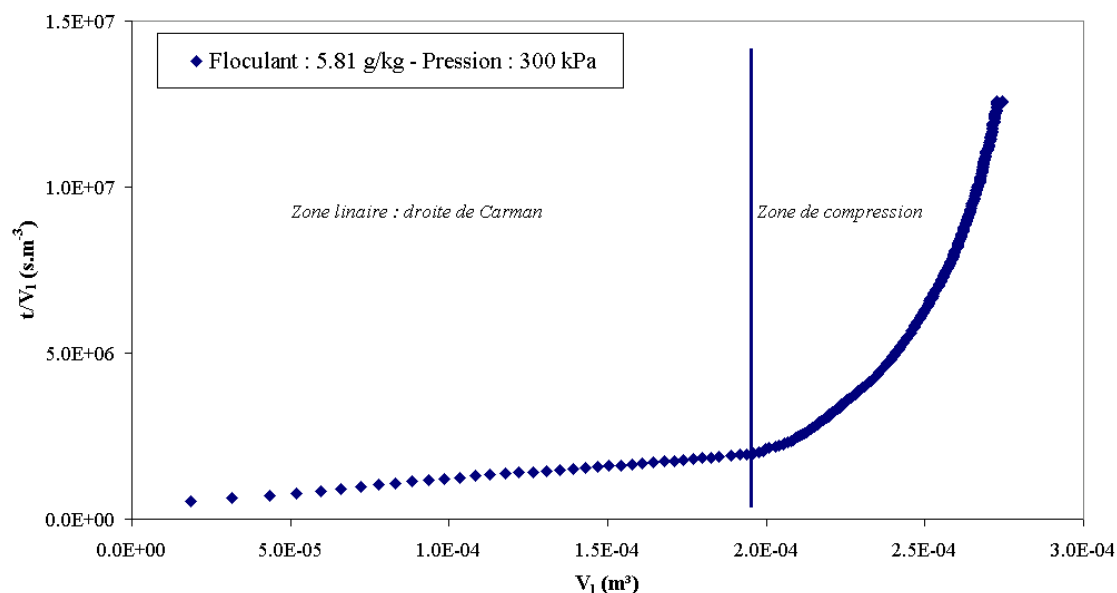
avec

$$K'_c = \frac{M_c}{V_1} \quad (\text{III.15})$$

Le produit de RSF par  $K'_c$  est la seule inconnue dans l'expression de la pente. Le calcul de la résistance spécifique à la filtration nécessite le choix du volume de filtrat qui introduit dans l'expression de  $K'_c$ . Expérimentalement, les graphes  $t/V_1$  en fonction de  $V_1$  -le volume d'égouttage étant soustrait- comportent généralement une partie



linéaire, correspondant à la droite de Carman, qui est suivie par une seconde phase pendant laquelle la pente augmente asymptotiquement (Figure III.3). Cette seconde partie correspond en fait à la compression ou à la consolidation du gâteau. Le volume de liquide atteint à l'asymptote permet de calculer la siccité limite, correspondant à la performance limite théorique de la filtration.



**Figure III.3 : Graphe expérimental  $t/V_1$  en fonction  $V_1$  montrant l'existence d'une zone linéaire, suivie par une zone de pente croissante. Dose de flocculant : 5.81 g/kg,  $\Delta P$  de filtration : 300 kPa.**

Christensen et al. (1985) ont montré que les valeurs de résistances spécifiques peuvent différer de 15% selon qu'ils utilisent le volume récolté en fin de zone linéaire ou le volume final total en fin de filtration. Bierck et al. (1990) ont étudié l'influence du choix du volume de filtrat sur la résistance spécifique lors de la filtration sous vide d'une suspension de kaolin et d'un échantillon de boues activées. Ils ont employé deux volumes de filtrat différents : le volume de filtrat récolté à la fin de la zone linéaire et le volume de filtrat récolté avant la consolidation (déterminée par un changement de la pression du liquide dans les pores). Ils ont également déterminé  $K'_c$  de manière expérimentale en mesurant la masse de solide déposée au cours du temps par une technique d'absorption de rayons X. Pour les deux types d'échantillons testés, la valeur de  $K'_c$  est sous-estimée en prenant le volume récolté en fin de zone linéaire. Lors de leurs essais, la consolidation commence avant la fin de la zone linéaire. L'erreur qui est faite sur la valeur de la résistance spécifique vaut 10% pour le kaolin et 23% pour la boue activée.

Pratiquement, la détection du début de la consolidation n'est pas incluse dans les tests standard de filtration car elle nécessite un équipement particulier (capteurs de pression). Dans ce travail, le choix s'est porté sur la valeur du volume en fin de zone linéaire. Sa détermination est basée sur des critères objectifs, comme expliqué ci-dessous.

La détermination de la fin de la zone linéaire s'effectue via l'ajustement paramétrique d'une droite, et le calcul de l'erreur quadratique moyenne EQM (Éq. III.16) et du coefficient de corrélation  $R^2$  (Éq. III.17) en utilisant le logiciel Matlab 6.1. Une droite est ajustée tout d'abord sur les cinq premiers points expérimentaux puis les points suivants sont ajoutés un à un. La fin de la zone linéaire correspond au point expérimental à partir duquel EQM augmente et  $R^2$  chute. La droite qui y correspond est la droite de Carman. La Figure III.4 montre l'évolution des deux grandeurs EQM et  $R^2$  en fonction du nombre de points, ainsi que la transition entre les zones.

$$EQM = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - x_i)^2}{n - q}} \quad (\text{III.16})$$

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (\text{III.17})$$

- $x_i$  = valeurs observées
- $\bar{x}$  = moyenne des valeurs observées
- $y_i$  = valeurs obtenues par ajustement
- $n$  = nombre d'observations
- $q$  = nombre de paramètres du modèle

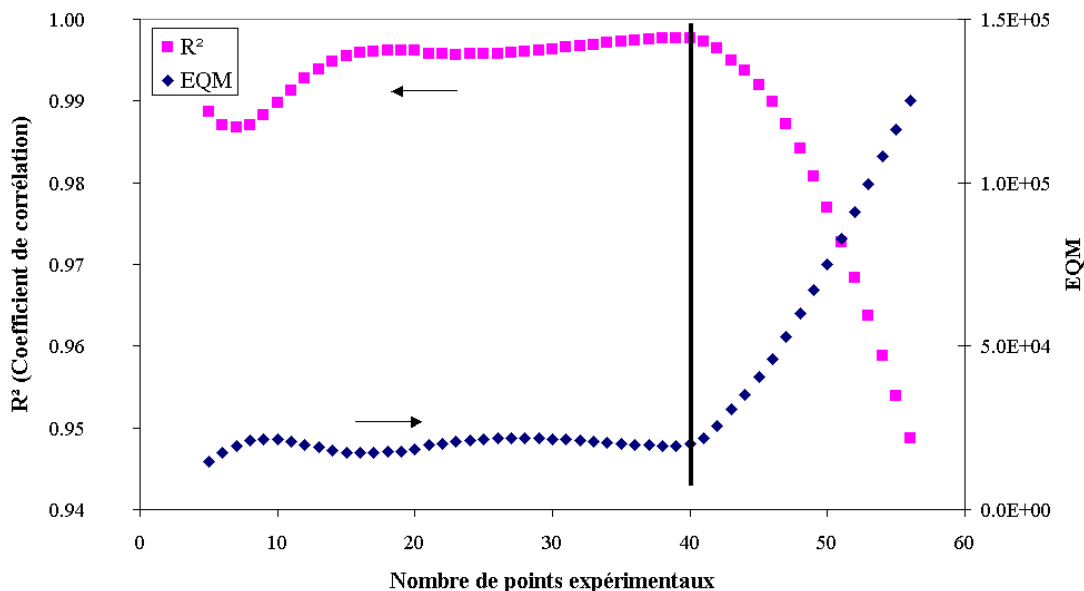


Figure III.4 : Evolution de  $R^2$  et de EQM en fonction du nombre de points expérimentaux considérés pour l'ajustement de la droite de Carman.

### 2.5.2. Détermination du coefficient de compressibilité

La détermination de la résistance spécifique à la filtration sous différents  $\Delta P$  de filtration permet de calculer un coefficient de compressibilité. En général, la dépendance de la résistance à la filtration vis-à-vis de la pression peut s'exprimer de la manière suivante :

$$RSF = RSF_0 \left( \frac{\Delta P}{\Delta P_0} \right)^s \quad (\text{III.18})$$

$\Delta P_0$  est une valeur de référence et  $s$  est le coefficient de compressibilité. Si  $s$  est inférieur à 1, une augmentation du  $\Delta P$  augmente le débit de filtrat alors que pour des valeurs de  $s$  supérieures à l'unité une augmentation du  $\Delta P$  entraîne une diminution du débit de filtration. Les boues sont dites peu compressibles lorsque  $s$  est inférieur à 0.6 et compressibles pour des valeurs de  $s$  comprises entre 0.6 et 1 (Degremont, 1989).

## 3. Les stations de prélèvement des boues

Des boues provenant de deux stations d'épuration différentes gérées par l'AIDE, Association Intercommunales pour le Démergement et l'Épuration des communes de la Province de Liège, ont été utilisées dans ce travail (AIDE, 2000). La première station, située à Retinne, possède une capacité de 9000 équivalent habitants et comprend principalement :

- un dégrillage ;
- une installation de limitation et de mesure de débit, avec envoi dans un bassin d'emmagasinement en cas de fortes pluies et recyclage vers la station dès que le débit d'entrée le permet ;
- un dessablage-dégraissage ;
- un traitement biologique par boues activées dans deux bassins équipés de rampes relevables munies de disques poreux, alimentés en air par des surpresseurs à vitesse variable, permettant la régulation de l'apport en oxygène ;
- une décantation dans deux ouvrages de 16 m de diamètre équipés d'un pont racleur radial à entraînement périphérique ;
- un épaissement des boues dans un ouvrage de 8 m de diamètre après conditionnement à la chaux ;
- une déshydratation des boues sur un filtre à bandes après ajout de polyélectrolyte.

La seconde station, localisée Embourg, est conçue pour épurer les eaux de 22500 équivalent habitants et permet également le traitement journalier de 25 m<sup>3</sup> de gadoues de fosses septiques, ce qui porte sa capacité à 27000 équivalent habitants. Elle comprend les opérations suivantes :

- un dégrillage ;
- un poste de prélèvement équipé de pompes et d'agitateurs submersibles ; le puisard de pompage permettant le stockage des premières pluies pendant 10 minutes ;
- un dessablage-déshuilage
- un traitement biologique par boues activées à faible charge en aération prolongée dans quatre bassins ; l'alternance de phases aérobie et anoxique permettant à la fois l'élimination des matières carbonées et des matières azotées ; des diffuseurs de fines bulles permettant l'aération ;
- une décantation dans quatre ouvrages à ponts racleurs de 15 m de diamètre ;
- un épaissement des boues dans un épaisseur gravitaire ;
- une déshydratation des boues sur un filtre à bandes après ajout de polyélectrolyte.

Les deux stations diffèrent principalement par leur capacité en terme d'équivalent habitants et par leur type de traitement. Seule la station d'Embourg comporte une opération de nitrification-dénitrification. Enfin, un ajout de chaux est effectué lors de l'épaissement des boues à la station de Retinne alors que ce traitement a été abandonné à Embourg.

## 4. Étude du séchage

### 4.1. Introduction

Comme expliqué dans le chapitre II, l'analyse du séchage passe par le tracé de différentes courbes, notamment la courbe de Krischer qui est la plus utilisée. La courbe de Krischer décrit l'évolution du flux massique d'eau ( $F$ , kg/m<sup>2</sup>s) en fonction de la teneur en eau définie sur base sèche ( $W$ , kg d'eau/kg MS). Le calcul de  $F$  nécessite la détermination de la vitesse de séchage et de la surface externe qui évolue suite au retrait. Expérimentalement, le dispositif de séchage permet d'enregistrer la masse de l'échantillon en fonction du temps. Après filtrage et dérivation des données, on obtient la vitesse de séchage ( $N$ , kg/s). Un microtomographe à rayons X permet de mesurer le retrait et d'accéder ainsi à la surface externe de l'échantillon à partir d'images de sections droites et de projections de l'échantillon. Pour ce faire, le séchage est interrompu à différentes reprises afin d'effectuer les mesures tomographiques.

### 4.2. Système d'extrusion

Ainsi que mis en évidence dans le chapitre I, l'état divisé de la boue à sécher se situe au cœur de ce travail. Les échantillons sont mis en forme à l'aide d'un système d'extrusion conçu et réalisé au laboratoire (Figure III.5). La partie supérieure du dispositif est constituée d'un piston. La partie inférieure est scindée en deux morceaux. La boue à extruder est placée du côté supérieur, dans un cylindre au fond duquel la filière d'extrusion adéquate est placée. Dans notre cas il s'agit d'une filière circulaire de 12 mm. Le côté inférieur est un réceptacle pour la boue extrudée.

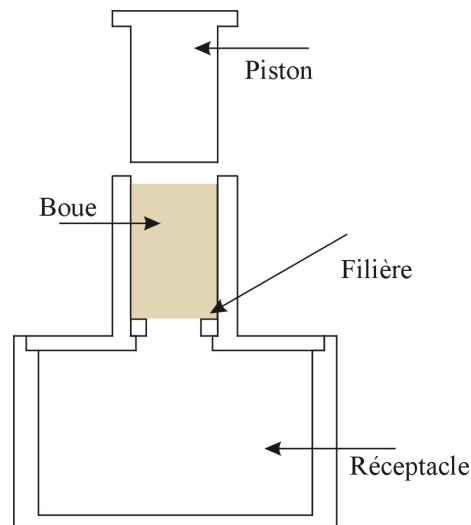


Figure III.5 : Dispositif d'extrusion.

### 4.3. Le microsécheur convectif

#### 4.3.1. Description de l'installation

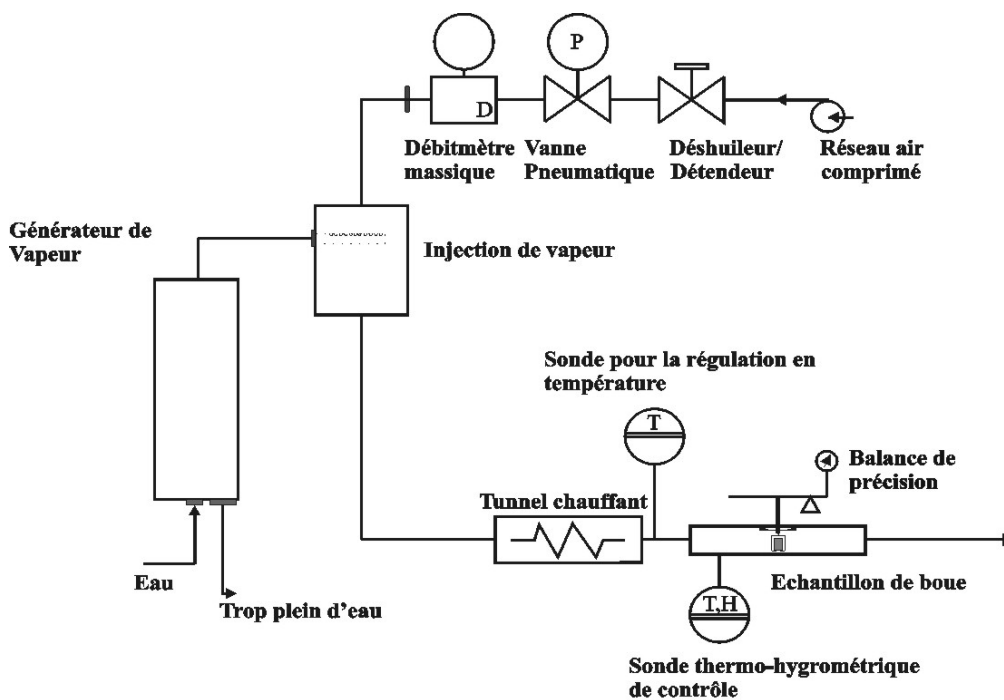


Figure III.6 : Schéma du microsécheur convectif.

Un microsécheur de type convectif (Figure III.6) adapté au séchage de petits échantillons (0.5 à 5 g) a été conçu au laboratoire. L'air utilisé pour le séchage est

fourni par le réseau d'air comprimé du bâtiment. A l'entrée du système, l'air est successivement déshuilé et détendu dans un bloc régulateur de pression (Wilkerson Co., USA). Le débit fixé à une certaine consigne (régulateur Staticor ST 48, Coreci SA, France), est régulé via une vanne pneumatique (vanne de régulation à positionneur digital type 7040, Schubert & Salzer, Allemagne) reliée à un débitmètre massique (débitmètre D-6250-HGB-CC-AV-45-0-Air-MF, Manger & Wittman, Allemagne, débit maximal : 400 lN/min). Le bloc de régulation-filtration de la pression de l'air est illustré à la Figure III.7. Sur la Figure III.8, de la gauche vers la droite, se situent la vanne de régulation et le débitmètre.

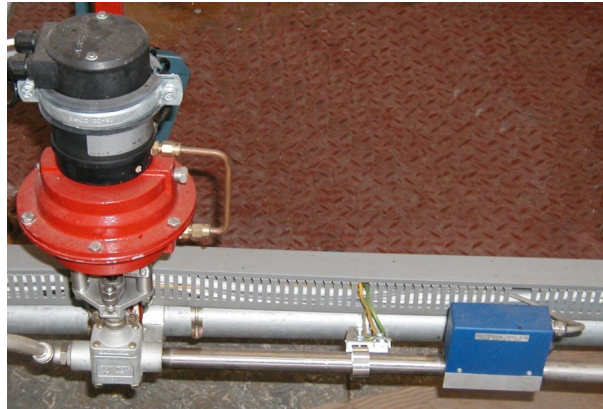
Cet air peut alors être humidifié grâce à un générateur de vapeur (Defensor MK4-IT-5, Axair, Suisse, débit maximum : 5 kg vapeur/heure). La vapeur est délivrée perpendiculairement au flux d'air via une buse distributrice en inox placée dans un caisson cubique (Figure III.9). La quantité de vapeur injectée est fixée à un certain pourcentage du débit maximum. La dernière étape du conditionnement consiste à amener l'air à une température de consigne par passage au travers d'un corps chauffant (Réchauffeur électrique 3×2000 Watts commandé par un contrôleur de puissance Wattcor 301 de Coreci SA, France couplé à un régulateur Staticor ST48, longueur 1.1 m, température maximale : 200°C).

Cet air conditionné est envoyé vers la chambre de séchage dans laquelle l'échantillon est déposé sur un support fixé à une balance (modèle BP 100 de Sartorius, Allemagne, précision : 0.001 g). Le support est conçu de manière telle que le séchage ait lieu sur toute la surface externe de l'échantillon (Figure III.10). La balance est reliée à un ordinateur par une connexion de type RS-232. Toutes les conduites sont en acier inoxydable. Au niveau de l'échantillon, la conduite est de section rectangulaire de 46 mm sur 41 mm.

Une sonde placée juste en amont de la chambre de séchage permet de contrôler et d'enregistrer la température et l'humidité de l'air. Il s'agit d'un thermo-hygromètre de précision Testo 650 (Testo SA, Belgique) avec deux sondes (température et humidité) combinées. Les précisions pour les mesures de température et d'humidité correspondent respectivement à 0.4°C entre 0 et 50°C, 0.5°C entre 50 et 180°C et à 2% HR de 0 à 100% HR.



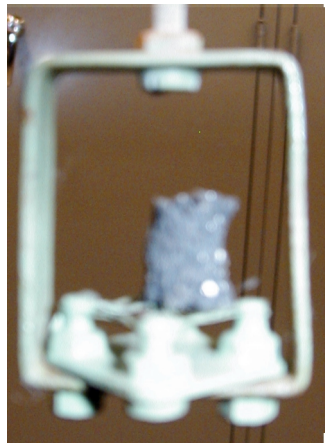
Figure III.7 : Bloc de filtration-régulation de pression de l'air (Wilkerson).



**Figure III.8 : Vanne de régulation du débit d'air (Schubert & Salzer) et débitmètre (Manger & Wittman).**



**Figure III.9 : Vue du générateur de vapeur et du caisson d'injection cubique.**



**Figure III.10 : Porte-échantillon.**

Le microsécheur peut opérer à des températures allant de 20 à 180°C. Le débit massique peut être réglé entre 30 et 300 lN/min, ce qui permet d'atteindre des vitesses superficielles situées entre 0.3 et 5 m/s en fonction de la température et du taux d'humidité. À débit maximum et production de vapeur maximale, on peut atteindre un taux d'humidité absolu d'environ 0.3 kg eau/kg air sec.

#### 4.3.2. Fixation des conditions opératoires

Trois variables opératoires sont étudiées : la température, la vitesse superficielle et l'humidité de l'air. La vitesse superficielle n'est pas fixée uniquement par la consigne en débit massique, mais dépend également de la température et de l'humidité relative de l'air. Par conséquent, le choix de la consigne en débit pour atteindre une vitesse déterminée fait l'objet d'un calcul en fonction de la température et de la quantité de vapeur injectée (Annexe II).

#### 4.3.3. Exemple de mesures effectuées

Lors d'un séchage, l'acquisition de la masse est réalisée toutes les 5 secondes. Cette fréquence permet la stabilisation de la balance. La courbe bleue de la Figure III.11 montre le type de courbe obtenue de cette manière. Comme mentionné dans le paragraphe 4.1., l'emploi du tomographe nécessite l'arrêt du séchage à plusieurs reprises. Il est nécessaire de vérifier que ces arrêts successifs n'altèrent pas le déroulement du séchage. Ainsi, lorsqu'on compare l'évolution de la masse de l'échantillon en fonction du temps entre un séchage en continu ou interrompu, on constate que la cinétique n'est pas influencée (carrés roses sur la Figure III.11). Il faut cependant noter que l'échantillon perd une faible quantité d'eau pendant la mesure.

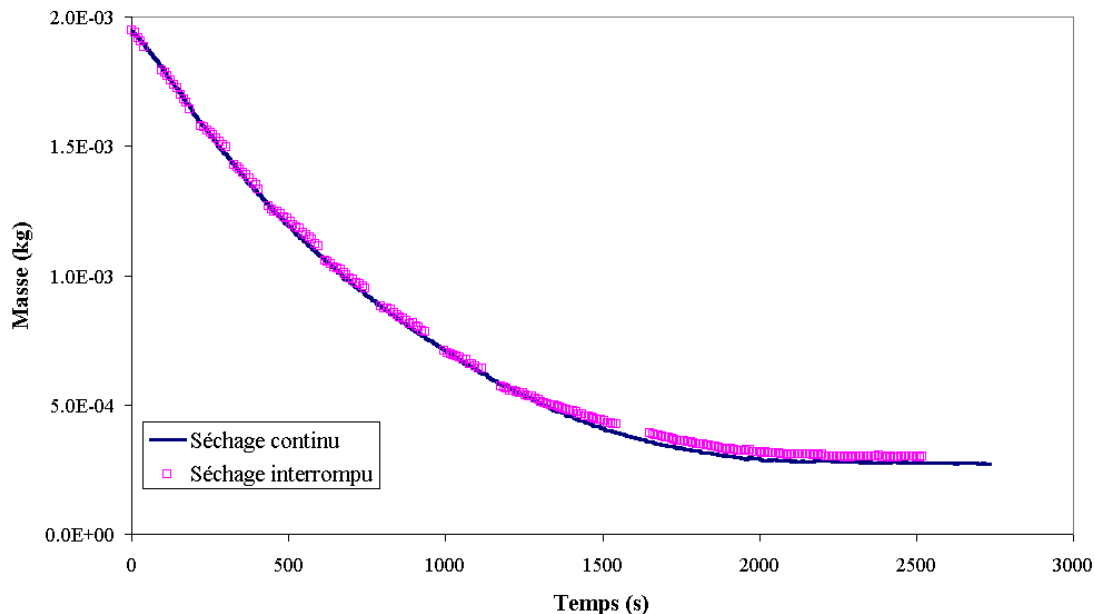


Figure III.11: Courbes de perte de masse pour un séchage en continu et un séchage interrompu.



## 4.4. Microtomographe à rayons X

### 4.4.1. Principe de la tomographie à rayons X

La tomographie est une technique non-destructive permettant de visualiser un objet de manière interne. Elle repose sur le fait que chaque matière est caractérisée par un coefficient d'atténuation linéaire des rayons X ( $\mu$ ), qui dépend de son nombre atomique ( $Z$ ) et de sa densité ( $\rho$ ), ainsi que de l'énergie du rayonnement incident ( $E$ ) (Éq. III.19) (Vinegar et al., 1987). Le membre de droite de l'équation inclut deux phénomènes contribuant à l'atténuation, dans l'ordre l'effet Compton et l'absorption photoélectrique.

$$\mu = \rho \left( a + \frac{bZ^{3.8}}{E^{3.2}} \right) \quad (\text{III.19})$$

La technique consiste à irradier une section d'un échantillon sous différents angles. A chaque angle, l'atténuation des rayons X suite à la traversée de l'objet est détectée : on obtient un profil d'intensité ou projection. La Figure III.12 représente des projections parallèles d'un objet prises à différentes hauteurs sous un seul angle.

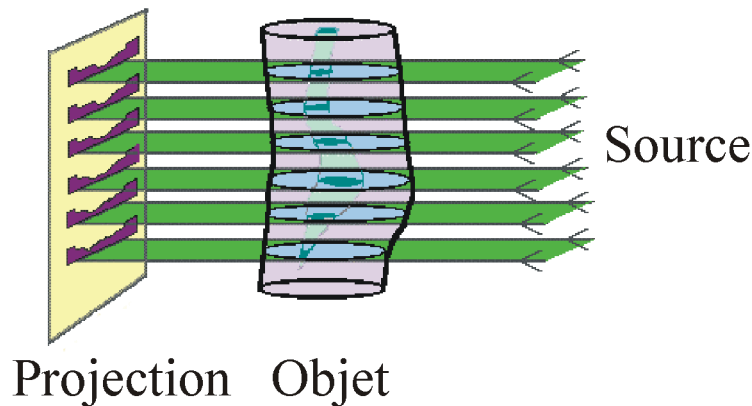


Figure III.12 : Projections parallèles d'un objet à différentes hauteurs (Skyscan, 2000).

Par rayon, la valeur détectée ( $I$ , intensité) est une fonction de la somme des coefficients d'atténuation de chaque point situé sur le parcours de celui-ci. Dans le cas d'une source monochromatique, l'intensité du rayon transmis est donnée par l'Éq. III.20.  $x$  et  $y$  sont les coordonnées dans le plan de l'image et  $z$  est la direction du rayon X.

$$I(x, y) = I_0 \exp \left[ - \int \mu(x, y, z) dz \right] \quad (\text{III.20})$$

Une projection est constituée par le rassemblement d'intégrales de ligne, c'est-à-dire l'intégrale du coefficient d'atténuation le long d'un rayon (Éq. III.21).

L'intégrale de ligne et l'intensité transmise sont donc reliées entre elles selon l'Éq. III.22.

$$p(x, y) = \int \mu(x, y, z) dz \quad (\text{III.21})$$

$$p(x, y) = -\ln \frac{I(x, y)}{I_0} \quad (\text{III.22})$$

A partir de ces valeurs obtenues sous différents angles, il est possible de recalculer les coefficients d'atténuation correspondants à chaque point de l'objet : il s'agit de l'opération de reconstruction par laquelle on obtient une image que l'on peut assimiler à une carte de densité. La Figure III.13 illustre la reconstruction d'un objet qui contient un élément de forte absorbance (point vert).

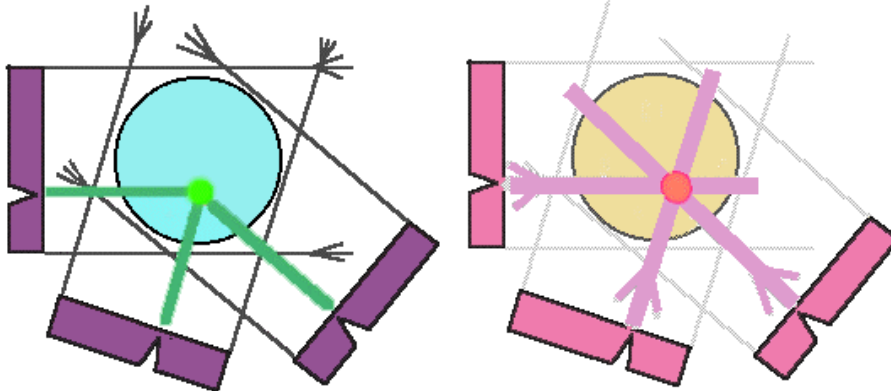


Figure III.13 : Reconstruction d'un objet contenant un élément fortement absorbant (Skyscan, 2000).

La qualité de l'image finale dépend de la quantité de données récoltées et augmente avec le nombre de projections, comme illustré sur la Figure III.14, dans le cas d'un objet circulaire.

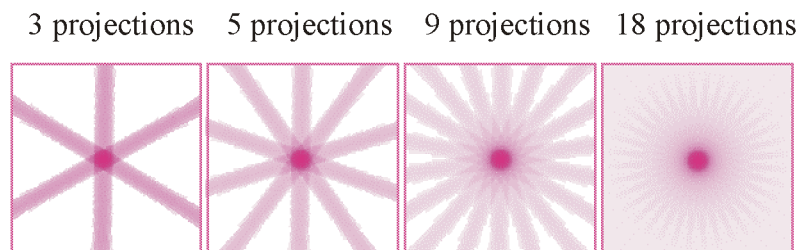
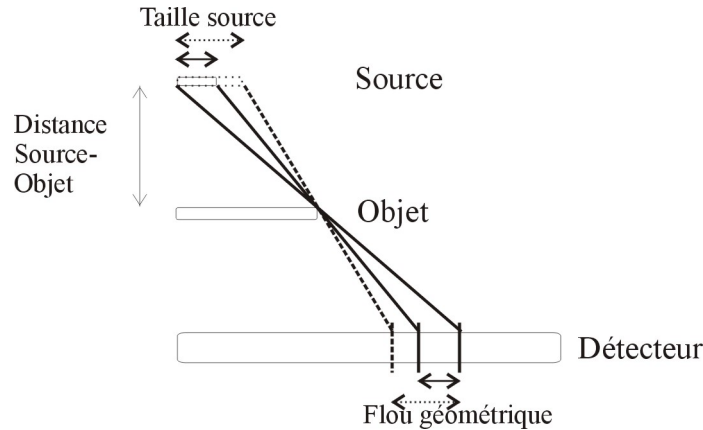


Figure III.14 : Effet de l'augmentation du nombre de projections sur la qualité de la reconstruction d'un objet circulaire (Skyscan, 2000).

La résolution spatiale des images dépend de plusieurs facteurs. La taille de la tache focale de la source de rayons X détermine la résolution maximale. Le grossissement qui peut être atteint est également important. Il augmente lorsque la distance source-objet diminue et dépend de la taille du détecteur et de la dimension de l'objet. Lorsque la taille de la tache focale de la source diminue, il est possible

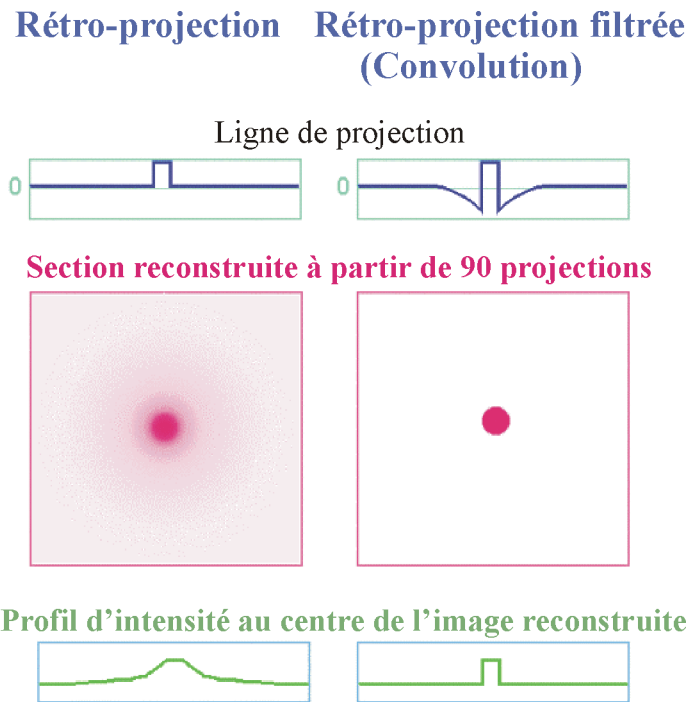
d'augmenter encore le grossissement car la zone de flou géométrique créée diminue (Figure III.15). Pour les systèmes où la distance source-objet ne peut pas être modifiée, la résolution est constante.



**Figure III.15 : Représentation du flou géométrique créée suite à la taille du spot de rayon X.  
La réduction de la taille du spot diminue la taille de la zone de flou.  
La diminution de la distance source-objet augmente le grossissement.**

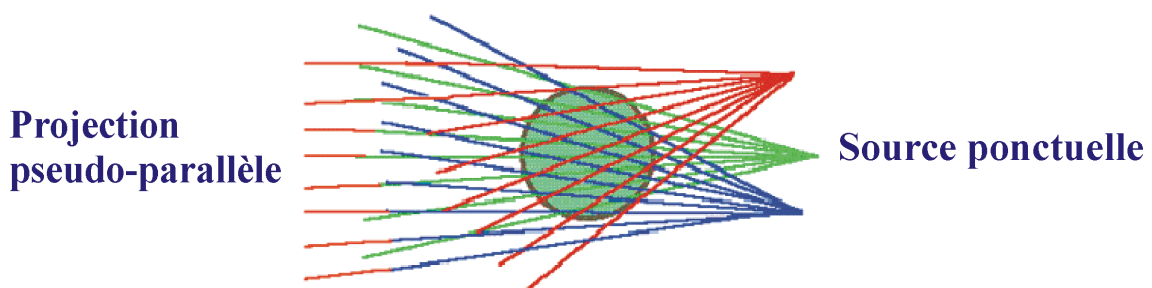
Parmi les méthodes les plus utilisées permettant la reconstruction de l'image, on distingue essentiellement la rétro-projection et la rétro-projection filtrée (Brooks et al., 1976). La rétro-projection est réalisée à partir des données brutes de projections, contrairement à la seconde méthode qui utilise des données filtrées comme son nom l'indique. Lors de la reconstruction sans filtrage, la superposition des contributions correspondant aux rayons des différentes inclinaisons provoque un artefact, le blurring. En effet, chaque point situé sur le trajet du rayon est considéré, y compris les points hors objet auxquels une absorbance non nulle peut être attribuée. La rétro-projection filtrée permet d'éliminer cet artefact par l'ajout de contributions négatives pour les points situés en dehors de l'objet considéré. Il s'agit d'un processus de convolution (Figure III.16). La rétro-projection filtrée se base sur le 'Fourier Slice Theorem' comme détaillé dans l'annexe III. L'opération de convolution s'effectue dans l'espace fréquentiel car elle se réduit à une multiplication de deux transformées de Fourier (au lieu d'une intégration dans le domaine temporel). L'algorithme 'FFT', Fast Fourier Transform, est utilisé à cet effet.

La rétro-projection inclut généralement une opération de filtrage supplémentaire afin d'améliorer la qualité des images reconstruites. Un des filtres les plus courants porte le nom de fenêtre de Hamming (annexe III). Il permet de diminuer le bruit de fond et d'atténuer les artefacts liés à des brusques variations de densité au sein de la section étudiée. Pratiquement, ce filtrage supplémentaire est effectué par la multiplication par un troisième facteur dans l'espace de Fourier. L'image finale est reconstruite à partir des projections filtrées qui sont obtenues par calcul de la FFT inverse du produit des trois FFT.



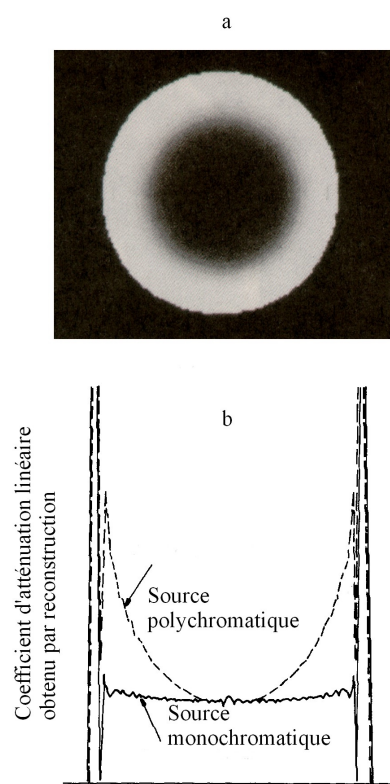
**Figure III.16 : Effet de la rétro-projection filtrée sur une image reconstruite et sur le profil d'intensité correspondant (Skyscan, 2000).**

Dans les Figures III.12 et III.13 les projections sont dites ‘parallèles’ conformément à la disposition des rayons incidents. Pratiquement, la majorité des sources sont ponctuelles et ne permettent pas de générer un faisceau de rayons parallèles. On obtient alors des projections ‘plan angulaire’. Or les expressions décrites dans l’annexe III ne sont valables que pour une géométrie parallèle. Une des solutions consiste à réordonner les données de projections obtenues sous différents angles afin de reconstituer des projections ‘pseudo-parallèles’ comme illustré dans la Figure III.17.



**Figure III.17 : Illustration du passage de la projection plan angulaire à la projection pseudo-parallèle par réarrangement des projections (Skyscan, 2000).**

Un autre type d’artefact est lié à l’emploi d’une source qui n’est pas parfaitement monochromatique : le durcissement ou beam hardening. Sur une image, le durcissement se traduit par la présence d’une couche extérieure claire correspondant à des valeurs de coefficients d’atténuation élevées (Figure III.18a).



**Figure III.18 : Image reconstruite illustrant (a) le durcissement et (b) l'évolution du coefficient d'atténuation linéaire obtenu par reconstruction en fonction de la distance parcourue par les rayons X, (Kak et al., 1988).**

Le spectre d'énergie des rayons est modifié au cours du passage dans l'objet car la fraction la moins énergétique du rayonnement est absorbée dans les premières couches du matériau, de telle sorte que le rayon devient en moyenne plus énergétique (Kak et al., 1988). Or, le coefficient d'atténuation dépend de l'énergie de la source, qui devient de plus en plus énergétique. Pour un objet homogène, la conséquence de ce phénomène est l'obtention d'une image dont le coefficient d'atténuation diminue du bord vers le centre (Figure III.18b). Différentes méthodes sont utilisées pour corriger ou éviter ce phénomène. Elles peuvent concerner la source, les données de projection ou l'image reconstruite.

Une première solution consiste à filtrer la source de manière à la rendre la plus monochromatique possible et à bloquer les rayons de basses énergies (Hsieh et al., 2000). Le désavantage de cette technique est la diminution du rapport signal/bruit par la réduction du nombre de photons lors du filtrage (Kak et al., 1988).

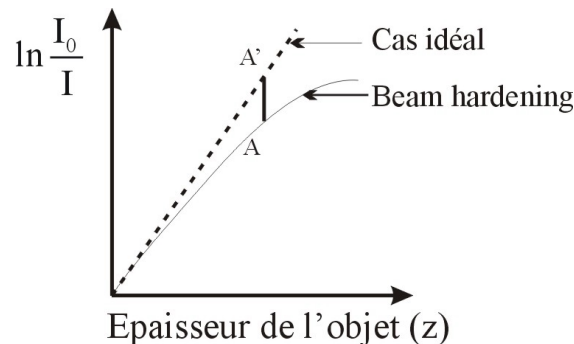
Une seconde technique est l'emploi de deux niveaux d'énergie différents pour l'acquisition des projections (Alvarez et al., 1976). Cette méthode se base sur la modélisation de la dépendance du coefficient d'atténuation vis-à-vis de l'énergie de la source (Éq. III.23). L'Éq. III.23 n'est autre qu'une réécriture de l'Éq. III.19. Les

termes du membre de droite représentent respectivement les contributions de l'absorption photoélectrique et de la diffusion par effet Compton à l'atténuation globale. Les fonctions  $a_1$  et  $a_2$  dépendent exclusivement du matériau étudié alors que les fonctions  $g(E)$  et  $f_{KN}(E)$  dépendent uniquement du niveau d'énergie.  $f_{KN}$  est la fonction de Klein-Nishina. La mesure de projections à l'aide de 2 niveaux d'énergie différents permet de déterminer  $a_1$  et  $a_2$ . Connaissant ces fonctions, les coefficients d'atténuation sont obtenus par l'Éq. III.23, quelle que soit l'énergie du rayon X.

$$\mu(x, y, E) = a_1(x, y)g(E) + a_2(x, y)f_{KN}(E) \quad (\text{III.23})$$

Le pré-traitement des données avant rétro-projection est une troisième méthode. La majorité des techniques de pré-traitement appliquent une correction telle que la valeur des profils d'intensité obéisse à l'Éq. III.20. En effet, dans le cas d'un objet homogène et d'une source monochromatique, la valeur de l'intégrale de ligne (logarithme du rapport 'intensité initiale/intensité transmise') est proportionnelle à l'épaisseur traversée par les rayons X (Éq. III.24). En cas de durcissement, il existe une déviation par rapport à ce comportement linéaire (Figure III.19). Le but de la correction est de rectifier la courbe ( $A \rightarrow A'$ ) afin d'obtenir la droite prévue en théorie (Kak et al., 1988).

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = \mu z \quad (\text{III.24})$$



**Figure III.19 : Illustration de l'évolution non linéaire de l'intégrale de ligne en fonction de l'épaisseur de l'objet en cas de beam hardening.**

Le dernier type de correction consiste à effectuer un post-traitement de l'image reconstruite à l'aide d'outils d'analyse d'images ou d'opérations mathématiques appliquées sur les matrices numériques correspondant aux images.

#### 4.4.2. De la tomographie à la microtomographie

Jusqu'à ces dernières années, la tomographie trouvait ses principales applications dans le domaine médical sous l'appellation 'scanner'. La résolution de ces instruments est de l'ordre du mm. Des applications dans d'autres domaines ont ensuite été développées. En génie chimique, la tomographie (à rayons X et électrique) est

utilisée pour étudier l'hydrodynamique dans des lits fixes (Toye et al., 1998 ; Marchot et al., 1999). Dans le domaine de l'industrie, la tomographie sert de technique de contrôle non destructif pour vérifier par exemple la qualité de soudures ou des uniformités de conductivité. La tomographie à rayons X est également utilisée en géologie (Ueta et al., 2000) et hydrogéologie (Wildenschild et al., 2002). Plus récemment, un système de contrôle du contenu des containers a été installé à la frontière chinoise, à proximité de Hong-Kong, par la société américaine Bio-Imaging Research (Moore et al., 2002).

Le développement et la commercialisation de sources compactes microfocus et de détecteurs caméras CCD ont permis la miniaturisation des équipements tout en améliorant la résolution d'un facteur 100 à 1000. C'est ainsi que des microtomographes destinés au travail de laboratoire ont été mis au point récemment, avec des possibilités d'applications dans des domaines variés comme l'électronique, la biologie, la géologie, les matériaux composites,...(Sasov et al., 1998 ; Van Geet et al., 2000).

#### 4.4.3. Description de l'appareil

Le microtomographe utilisé au laboratoire est le modèle '1074 Portable X-ray micro-CT scanner' (Skyscan, Belgique). L'appareil pèse 20 kg. Sa longueur, sa largeur et sa hauteur valent respectivement 440, 205 et 340 mm (Figure III.20). La source de rayon X possède une puissance maximale de 40 kV sous 1000  $\mu$ A. Une caméra CCD 8-bits de  $768 \times 576$  pixels fait office de détecteur. La source et le détecteur sont fixes. L'objet est disposé sur un support qui permet la rotation et le déplacement vertical (Figure III.21).

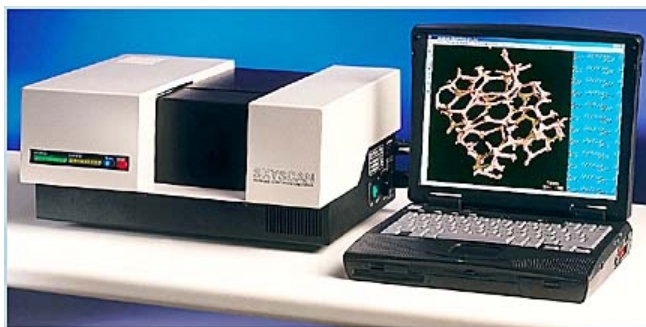


Figure III.20 : Microtomographe '1074 Portable X-ray micro-CT scanner' (Skyscan, 2000).



**Figure III.21 : Base du support de l'objet permettant la rotation et le déplacement vertical (Skyscan, 2000).**

L'acquisition et la reconstruction sont gérées à partir d'un ordinateur via deux logiciels, respectivement Uct.exe et Wts.exe. La reconstruction utilise un algorithme de rétro-projection filtrée avec l'ajout d'une fenêtre de Hamming. Pour chaque section, un fichier contenant les données de projection est enregistré. Dans une seconde étape l'image est reconstruite à partir de ce fichier. Elle est caractérisée par une résolution de  $41 \mu\text{m}$ . Un dernier logiciel permet l'empilage des différentes sections afin de passer du 2D au 3D.

Les images reconstruites (8 bits – 256 niveaux de gris) peuvent être stockées sous deux formats : bmp ou dat. L'image au format bitmap (Figure III.21a) est normalisée entre deux niveaux de gris fixés par le logiciel. Une partie de l'information est tronquée au profit d'un 'bel affichage' à l'écran. On peut noter que les conventions habituelles (0 = noir et 255 = blanc) sont inversées pour ces images. Quant au fichier '.dat', il renferme les valeurs du niveau de gris de chaque pixel sous forme d'une matrice de nombres à décimale flottante et servira pour l'exploitation des mesures. La Figure III.22b représente l'image obtenue dans Matlab 6.1. à partir du fichier '.dat'. Plus le niveau de gris est élevé, c'est-à-dire plus l'image est claire, plus le coefficient d'absorption linéaire est élevé. L'ordonnancement des données dans la matrice est tel que l'image 22b a subi une rotation de  $90^\circ$  par rapport à l'image 22a.



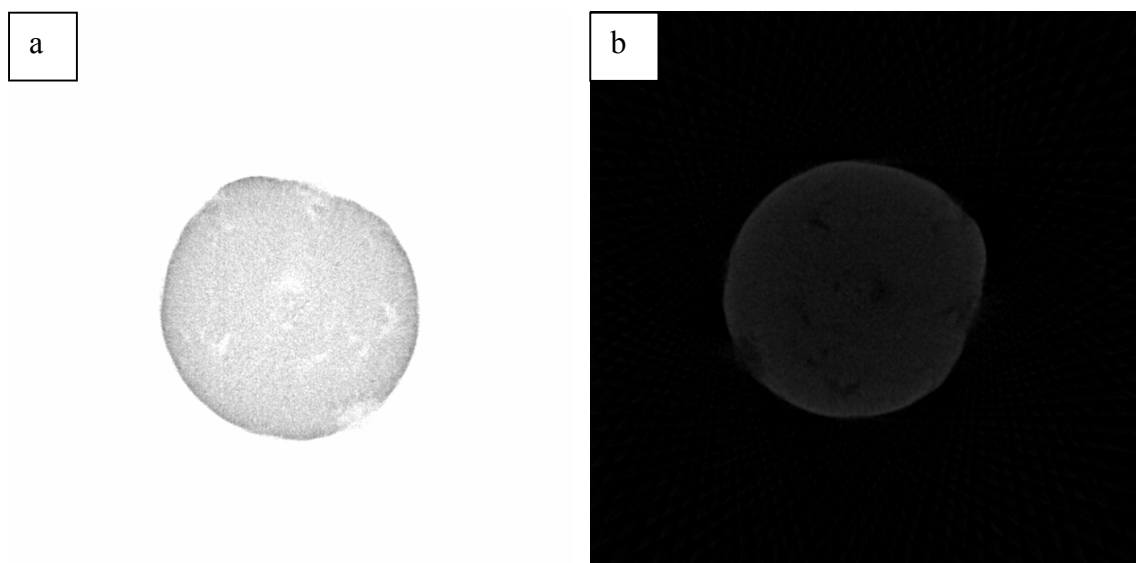


Figure III.22: (a) Image au format '.bmp' et (b) image obtenue à partir du fichier au format '.dat'.

#### 4.4.4. Paramètres d'acquisition et de reconstruction

**Zone de l'objet à scanner :** à partir de la projection de l'objet et de sa visualisation sur l'écran, il est possible de sélectionner une seule section ou une zone particulière de celui-ci.

**Distance entre les sections :** au sein d'une zone sélectionnée, la distance entre les sections étudiées peut être fixée à tout multiple entier de la valeur de la résolution, 41  $\mu\text{m}$ . Dans ce travail, cette valeur a été fixée à 0.41 mm.

**Nombre de projections :** l'incrément angulaire de rotation minimum vaut  $0.9^\circ$  (200 projections) et peut être fixé au maximum à  $27^\circ$ , par pas de  $0.9^\circ$ . Le choix relève d'un compromis : plus l'incrément angulaire est petit, plus l'image sera précise mais plus les temps d'acquisition et de reconstruction augmentent. Nous avons fait le choix d'un incrément angulaire valant  $3.6^\circ$ , soit 50 projections, pour un temps d'acquisition proche de 2 minutes.

**Correction du beam hardening ou durcissement :** lors de la reconstruction, une option permet d'effectuer ou non cette correction à l'aide d'un algorithme choisi par le fabricant de l'appareil. L'algorithme, qui corrige les données avant rétro-projection, a été intégré au logiciel à notre demande.

#### 4.4.5. Méthodologie et exemple de mesures effectuées

Pratiquement, une mesure par microtomographie nécessite l'arrêt du procédé de séchage en cours, le transfert de l'échantillon vers l'appareil de tomographie, puis la reprise du séchage après la mesure. L'échantillon reposant sur sa base circulaire, une zone centrale d'une hauteur d'environ 10 mm est sélectionnée pour la mesure et une vingtaine d'images est enregistrée. On enregistre également l'image projetée de l'échantillon sous quatre angles afin de déterminer la hauteur moyenne de l'échantillon.

L'image ci-dessous (Figure III.23) montre une projection de l'échantillon obtenue avec le microtomographe. Une coupe transversale a été déjà présentée plus haut (cf. Figure III.22).

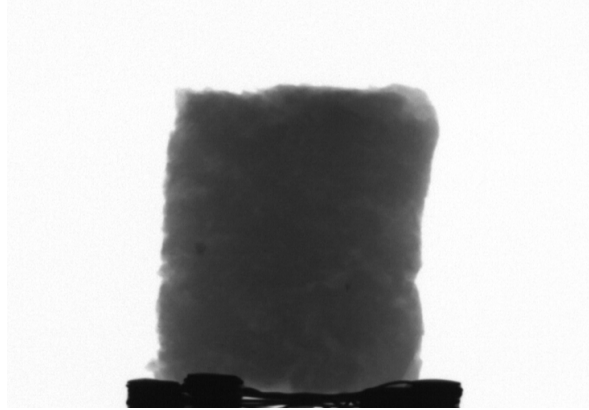


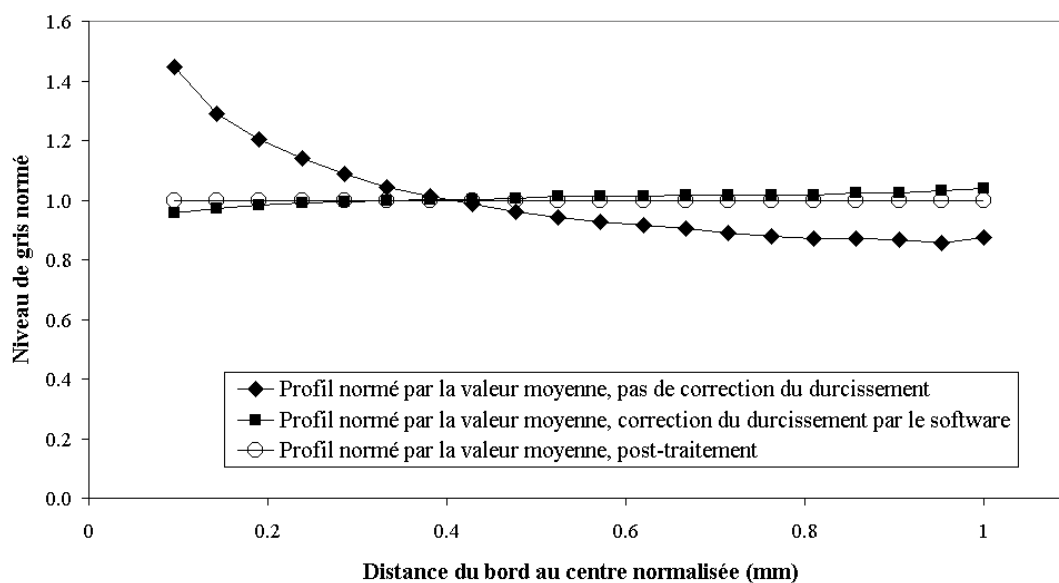
Figure III.23 : Image d'une projection.

Sur la Figure III.22b, on distingue faiblement un anneau périphérique clair caractéristique du phénomène de durcissement (Cf. § 4.4.1). La Figure III.24 illustre autrement le durcissement : pour un échantillon mouillé (théoriquement homogène), le niveau de gris de l'image diminue avec la distance par rapport au bord de l'objet (courbe  $\blacklozenge$ ) alors qu'il devrait rester constant.

Le filtrage de la source de rayons X ou l'utilisation de deux niveaux énergétiques différents n'étant pas envisageables avec le matériel dont nous disposons, d'autres types de corrections ont été testés.

La courbe repérée par des carrés ( $\blacksquare$ ) sur la Figure III.24 correspond au profil (normé par le niveau de gris moyen) obtenu lorsque qu'on applique la correction incluse dans le programme de reconstruction. On constate que le profil n'est pas parfaitement plat mais que l'intensité augmente légèrement du bord vers le centre de l'objet. La variation autour de l'unité est cependant assez faible ( $1.000 \pm 0.035$ ).

Par ailleurs, une méthode de post-traitement des images a été testée (courbe  $\circ$ , Figure III.24). Le profil d'intensité correspondant au solide totalement mouillé -donc homogène par hypothèse- est corrigé de manière à être parfaitement plat. L'intensité moyenne avant correction est prise comme valeur de référence pour le solide mouillé. Cette correction est ensuite appliquée aux profils obtenus pour différents temps de séchage.



**Figure III.24 : Profils d'intensité moyenne d'une section droite d'un échantillon homogène (avant séchage) sans correction du durcissement (◆), avec correction du durcissement par le software (■), avec correction du durcissement par post-reconstruction (○).**

La Figure III.25 permet de comparer les profils d'humidité obtenus par les deux méthodes de correction pour différents temps de séchage appelés arrêt A, B et C. Les courbes à motifs correspondent à la correction post-traitement (PT) et les courbes continues à la correction fournie par le constructeur du tomographe (BHC). Deux courbes de calibration différentes sont utilisées pour passer du niveau de gris à l'humidité (cf. § 3.5.3.2). On peut considérer que les deux méthodes sont équivalentes car elles donnent sensiblement les mêmes résultats. Les différences principales et, donc, les incertitudes les plus grandes sur la forme des profils se situent loin de la paroi du solide. Pour la suite du travail, la correction software fournie par Skyscan a été retenue, notamment parce qu'elle est beaucoup moins lourde à mettre en œuvre.

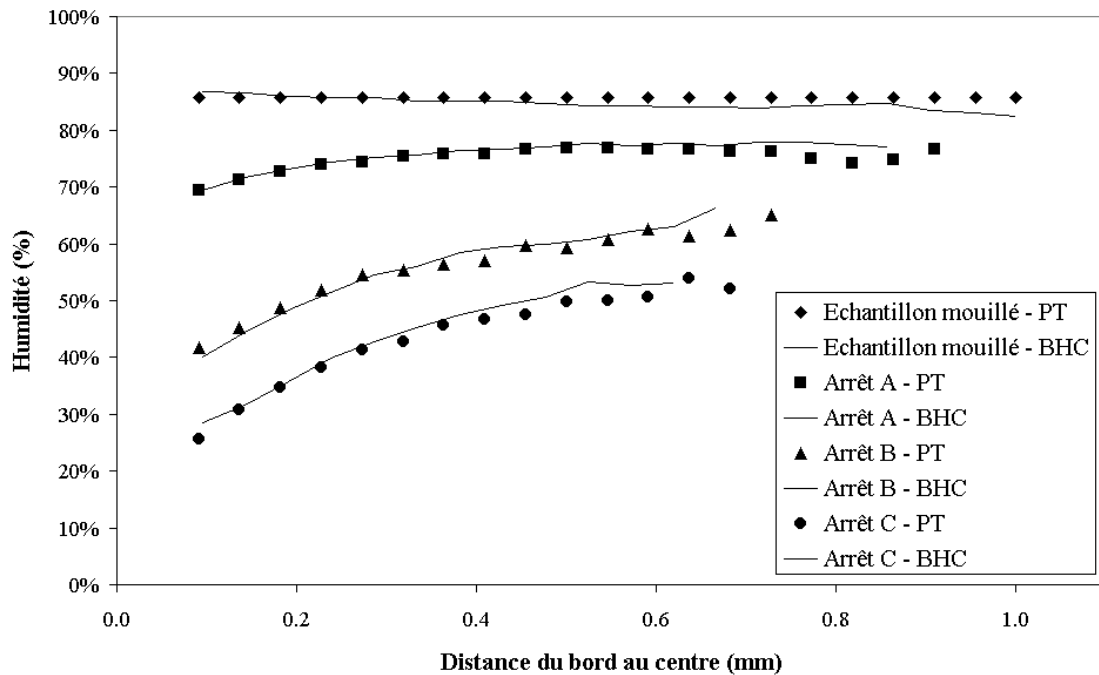


Figure III.25 : Comparaison des profils d'humidité obtenus avec la correction post-traitement (PT) ou la correction software fournie avec le microtomographe (BHC).

## 4.5. Analyse d'images

Dans le cadre de ce travail, l'analyse d'images est utilisée pour obtenir des informations quantitatives à trois niveaux :

- Évolution de la forme et de la taille des échantillons : retrait ;
- Évolution de la texture : apparition de fissures ;
- Évolution des profils d'humidité.

### 4.5.1. Introduction

L'analyse d'images a pour but de fournir une description quantitative d'une image. Deux grands domaines possédant leurs techniques spécifiques sont rencontrés. Le premier domaine est la reconnaissance de forme qui trouve son application dans la reconnaissance de caractères ou le tri d'objets. Le second domaine concerne l'analyse morphologique d'objets qui trouve son utilité lorsque les caractéristiques ou paramètres morphologiques de l'image sont liés aux propriétés de l'objet (biologie, géologie,...) (Coster et al., 1985). Ce deuxième domaine nous intéresse plus particulièrement.

L'emploi des mathématiques en analyse d'images est relativement récent et s'est développé depuis l'apparition des moyens informatiques et des images digitales. La morphologie mathématique, en particulier, doit son développement aux travaux de Haas, Matheron et Serra (Haas et al., 1967a ; Haas et al., 1967b). Cette discipline de

description des images est fondée sur la théorie des ensembles. Elle ne représente qu'une des quatre branches principales de l'analyse d'images. Les autres branches sont le traitement du signal, les méthodes statistiques et les méthodes syntaxiques. Ces branches ne sont pas exclusives et peuvent intervenir conjointement dans le traitement.

#### 4.5.2. Définitions

Les outils de la morphologie mathématique utilisés dans ce travail sont décrits ci-dessous de manière intuitive. Les définitions rigoureuses sont disponibles dans la littérature (Serra, 1982).

##### **Seuillage et binarisation**

Sur une image au niveau de gris, le seuillage est une opération qui permet de sélectionner une partie de l'image en ne conservant que certains niveaux de gris. Après binarisation, l'image obtenue est dite 'binaire': les niveaux conservés apparaissent en blanc (valeur 1) et les niveaux ignorés apparaissent en noir (valeur 0). Ces opérations peuvent être effectuées suivant différentes méthodes. Elles constituent généralement la première étape d'un traitement d'images.

##### 4.5.2.1. Opérations morphologiques

La morphologie mathématique fait appel à des éléments structurants qui sont utilisés comme objets de comparaison. Un élément structurant peut adopter différentes formes : segment de droite, cercle, triangle, carré,... L'élément structuré utilisé dans ce travail est un carré de trois pixels de côté.

##### **Érosion**

L'érodé d'une image correspond à l'ensemble des points de l'image pour lesquels l'élément structurant, centré sur ces différents points, est entièrement inclus.

##### **Dilatation**

La dilatation ajoute à l'image d'origine un ensemble de points pour lesquels l'élément structurant, centré sur ces différents points, possède une intersection non nulle avec l'image initiale.

##### **Ouverture**

L'ouverture consiste à effectuer une érosion à l'aide d'un élément structurant, suivie d'une dilatation à l'aide du même élément structurant transposé. Cette transformation adoucit les contours, coupe les isthmes étroits et supprime les petites îles et les caps étroits.

##### **Fermeture**

La fermeture consiste à effectuer une opération de dilatation suivie d'une érosion, à l'aide du même élément structurant. Cette transformation bouche les canaux étroits et supprime les petits lacs et les golfes étroits.

##### **Reconstruction**

Cette opération permet de reconstruire une image à partir de marqueurs. Des dilatations successives sont effectuées sur l'image marqueur, suivies par une opération logique d'intersection entre l'image dilatée et l'image à reconstruire. Cette opération est aussi appelée dilatation géodésique.

#### 4.5.2.2. Mesures – Caractérisation

Ces mesures sont effectuées sur les images binaires.

##### **Aire**

L'aire d'un objet est calculée en faisant la somme des pixels de l'image qui valent 1 et en multipliant cette somme par l'aire d'un pixel.

##### **Facteur de forme**

Le facteur de forme d'un objet est défini par l'Éq. III.25. La valeur minimale adoptée par le facteur de forme est l'unité, dans le cas d'un cercle.

$$F_F = \frac{(\text{Périmètre Objet})^2}{4\pi \text{Surface Objet}} \quad (\text{III.25})$$

##### **Excentricité**

L'excentricité d'un objet correspond à l'excentricité de l'ellipse possédant un second moment identique à celui de l'objet. L'excentricité est comprise entre 0 (cercle) et 1 (segment de droite).

##### **Diamètre équivalent**

Le diamètre équivalent d'un objet est le diamètre du cercle dont l'aire est identique à celle de l'objet. Il est calculé à l'aide de l'Éq. III.26.

$$d_{\text{eq}} = \sqrt{\frac{4 \text{Surface Objet}}{\pi}} \quad (\text{III.26})$$

#### 4.5.3. Analyse des coupes transversales

L'analyse des coupes transversales a pour but la détermination du diamètre équivalent des sections et la caractérisation de la texture de celles-ci. Ces opérations nécessitent la binarisation des images. De plus, une analyse des niveaux de gris est effectuée de manière à évaluer les profils d'humidité.

##### 4.5.3.1. Processus de binarisation

Les opérations successives réalisées sur les coupes transversales sont résumées dans l'organigramme de la Figure III.26.

L'image originale est obtenue à partir du fichier '.dat' issu de la reconstruction avec correction du durcissement. Les Figures III.27a et III.27b montrent deux de ces images, la première pour un échantillon mouillé, la seconde pour un échantillon sec.

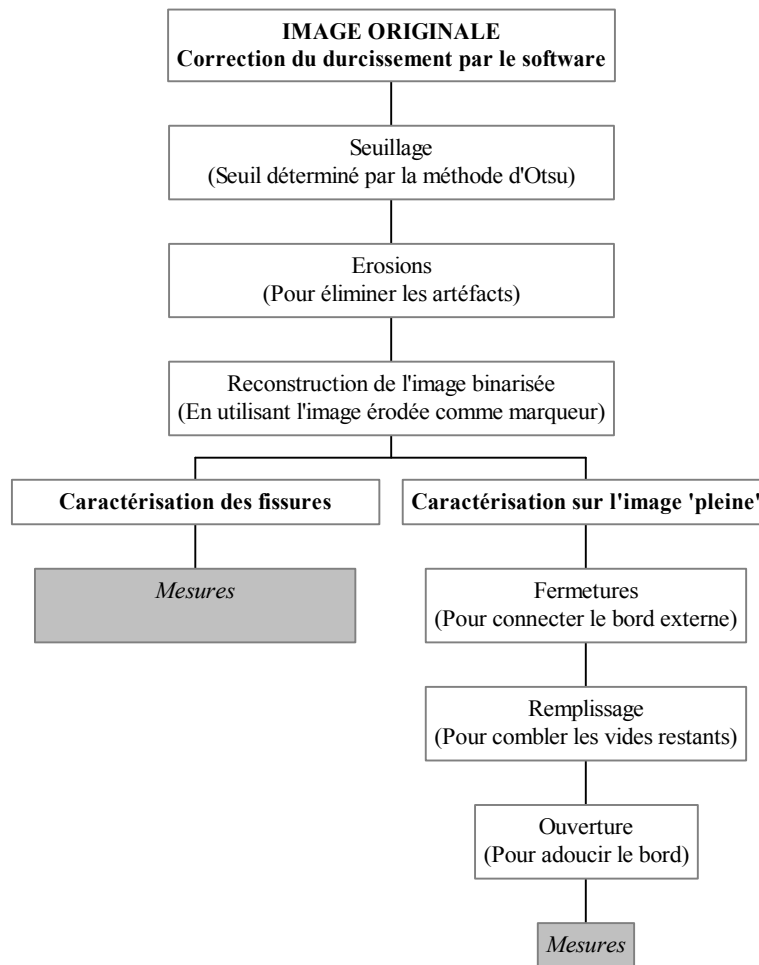


Figure III.26 : Organigramme de binarisation des coupes transversales.

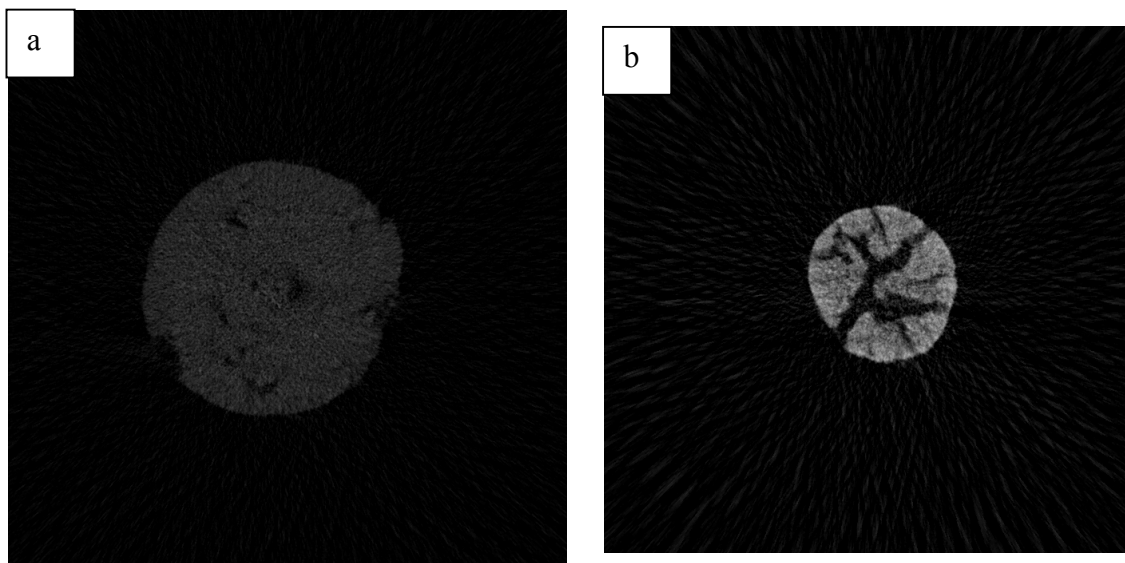
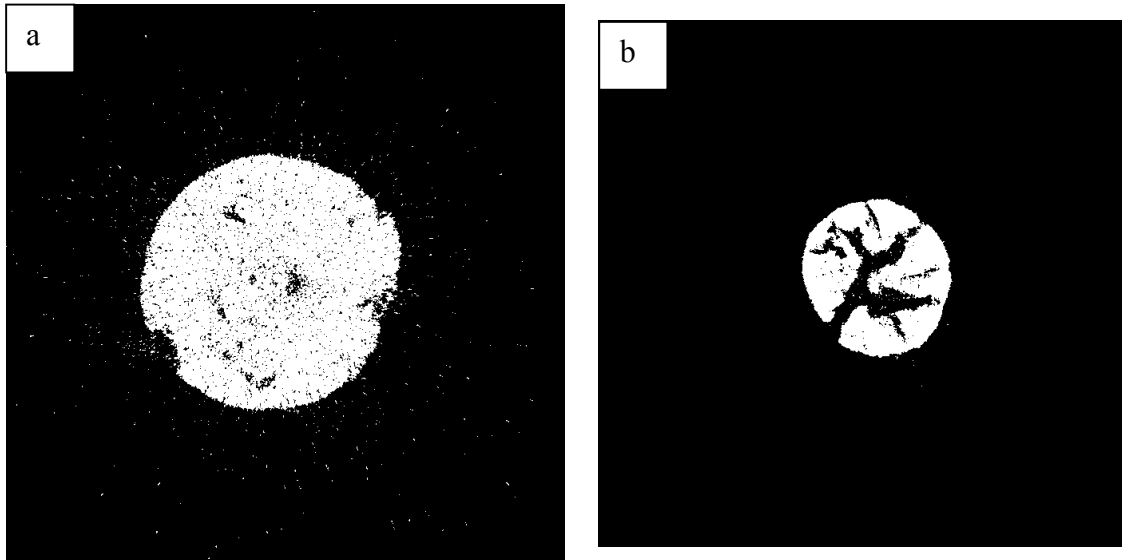


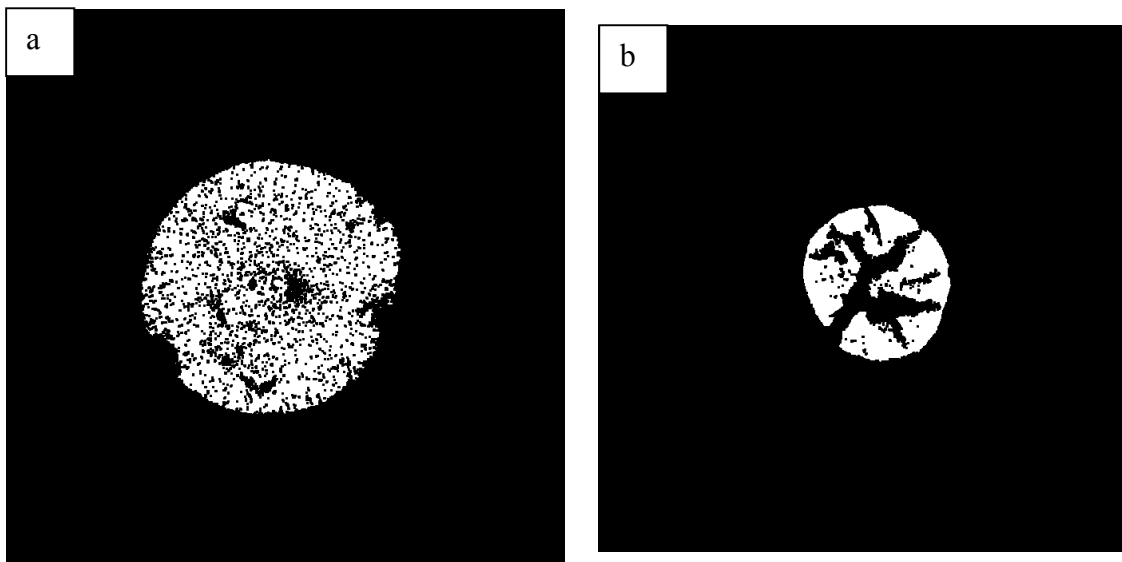
Figure III.27 : Coupes transversales (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec, après correction du durcissement.

Les images originales sont binarisées sur base d'un seuil déterminé par la méthode d'Otsu (1979) qui utilise l'analyse factorielle discriminante. Par cette méthode, on cherche d'une part à éloigner le plus possible les classes de niveaux de gris les unes des autres, c'est-à-dire maximiser la variance interclasse et d'autre part à regrouper au mieux chaque classe autour de son centre, c'est-à-dire minimiser la variance intraclasse. On obtient les Figure III 28a et III 28b.



**Figure III.28: Coupes transversales (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec, après seuillage par la méthode d'Otsu.**

Une érosion permet d'éliminer les pixels isolés qui demeurent après la binarisation (Figures III.29a et III.29b).

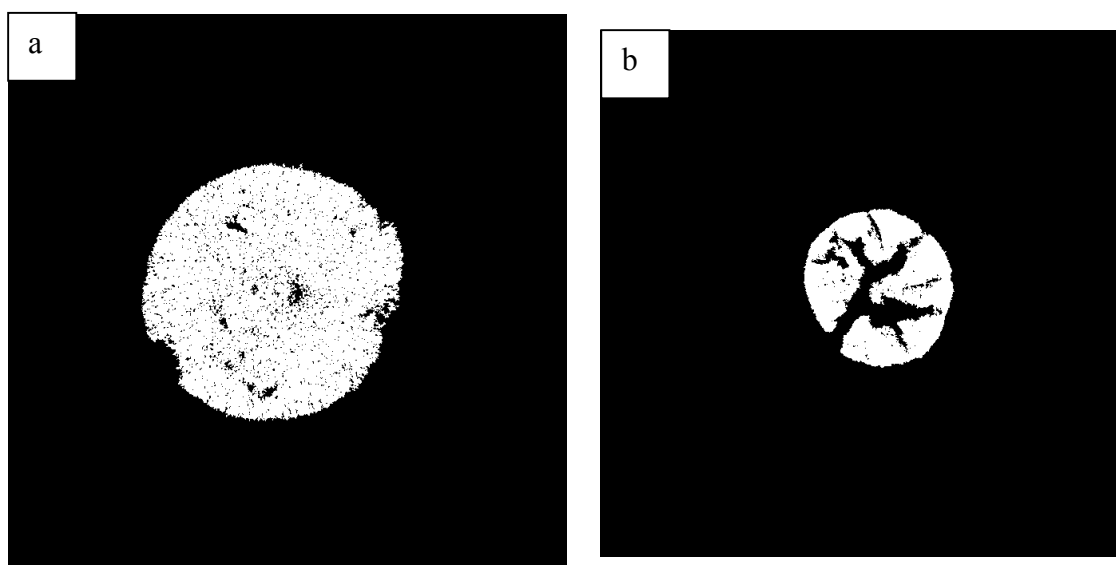


**Figure III.29 : Coupes transversales (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec, après érosion.**

On remarque que certaines parties de l'image ont disparu lors de l'érosion. Afin de récupérer les parties marquantes, l'image binarisée est reconstruite en utilisant

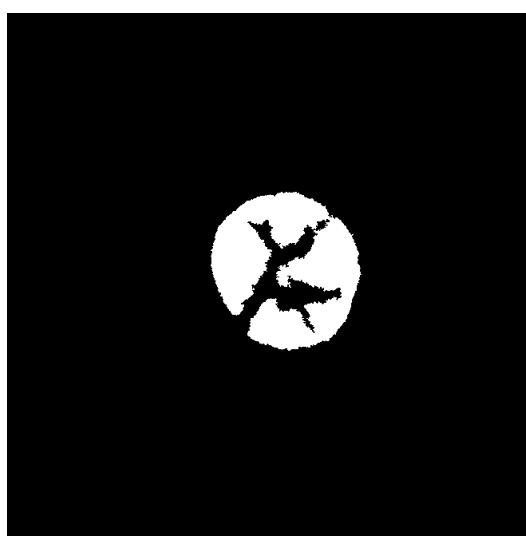


l'image érodée comme marqueur (Figures III.30a et III.30b). Le marqueur peut être considéré comme l'image contenant les germes servant à la reconstruction.



**Figure III.30 : Coupes transversales (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec, après l'opération de reconstruction.**

La détermination de la surface externe de l'échantillon nécessite de connaître le diamètre équivalent de l'échantillon. Pour ce faire, il faut combler les vides par une opération dite de remplissage afin de calculer l'aire de la section 'pleine'. Pour effectuer le remplissage, le bord externe doit être complètement fermé. Lorsque le bord est discontinu (Figure III.30b), le remplissage n'atteint pas le but recherché (Figure III.31). La solution consiste à réaliser des fermetures (Figures III.32a et III.32b) avant le remplissage (Figures III.33a et III.33b) pour s'assurer que les bords soient connectés. Après des tests menés sur des échantillons différents à des niveaux de siccité variés, le nombre de fermetures a été fixé à 10.



**Figure III.31 : Image obtenue après remplissage d'une coupe transversale dont le bord n'est pas fermé.**

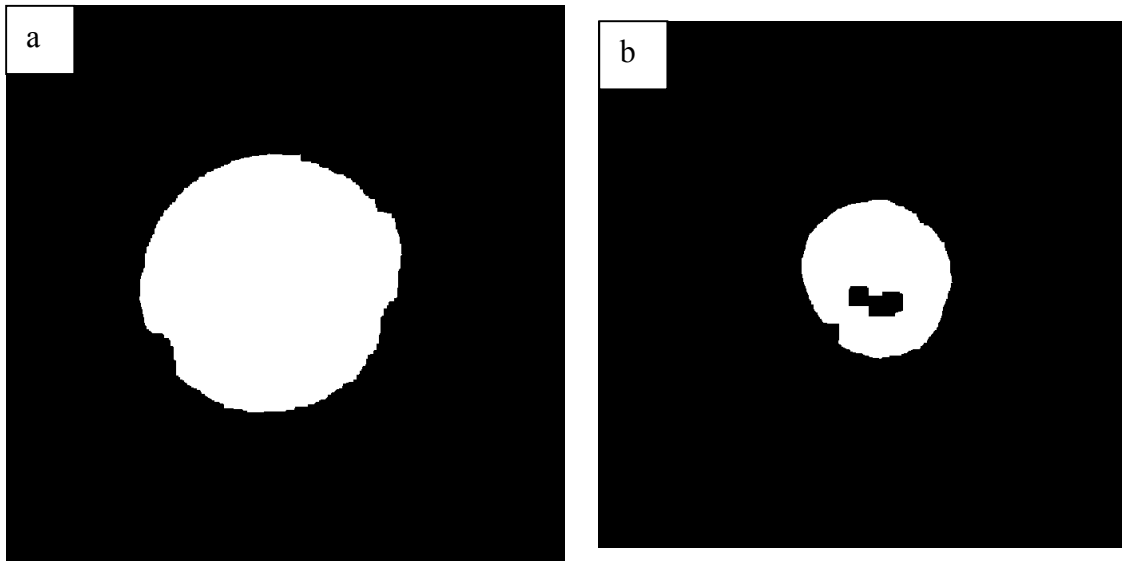
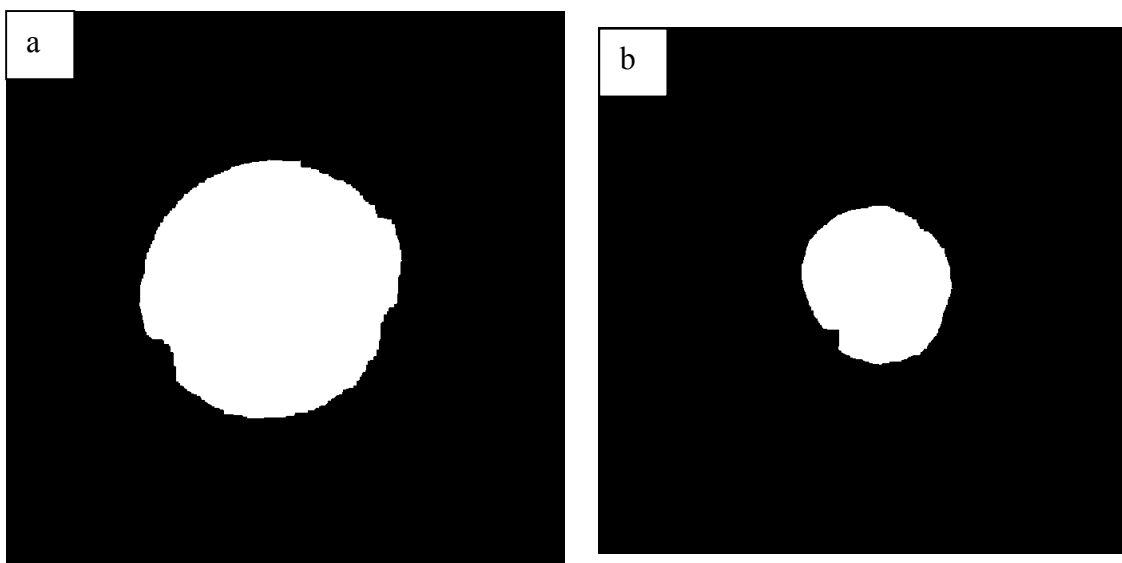
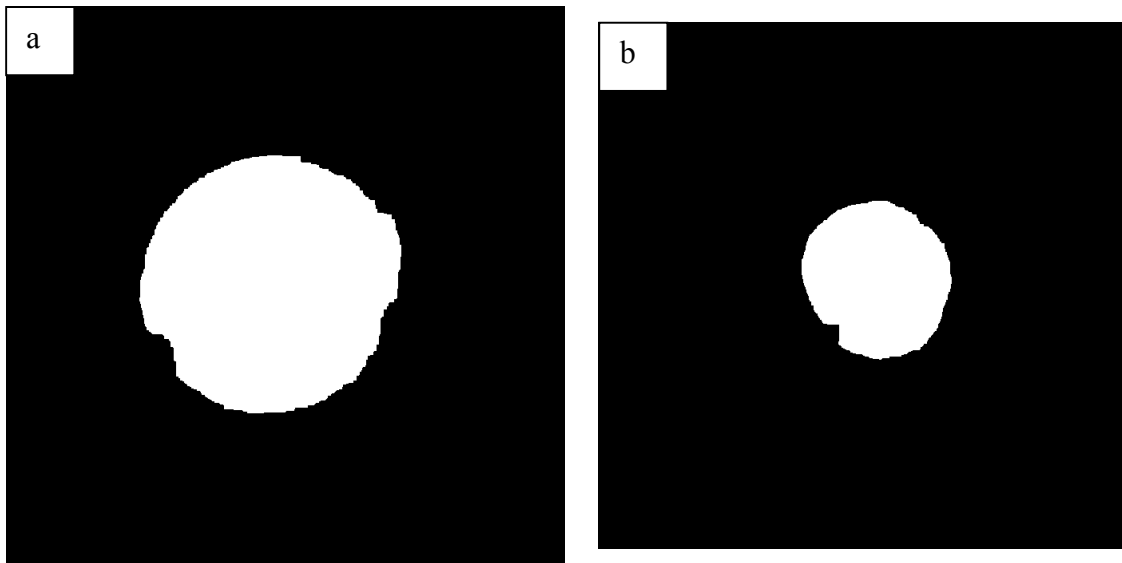


Figure III.32 : Coupes transversales (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec, après 10 fermetures.



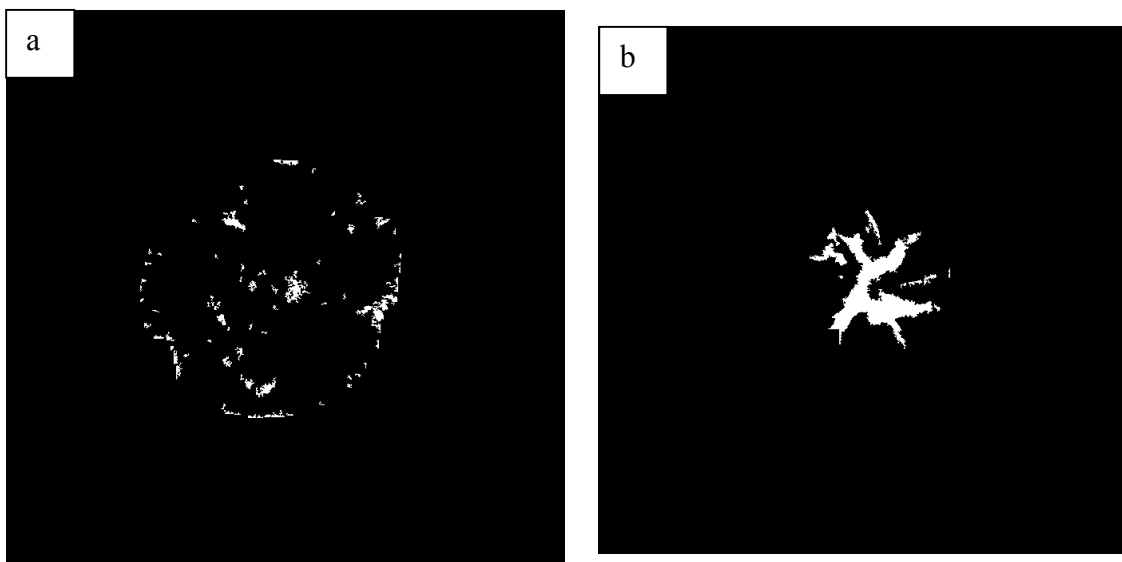
Figures III.33 : Coupes transversales (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec, après remplissage.

La dernière opération est une ouverture qui a pour but l'adoucissement des contours (Figures III.34a et III.34b). L'effet de cette opération n'est pas visible sur les images, mais élimine une certaine rugosité du contour liée au seuillage.



**Figures III.34 : Coupes transversales (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec, après adoucissement du contour.**

A partir des images finales 'pleines', la surface, le diamètre équivalent et le facteur de forme sont calculés pour chacune des sections. Il s'agit de la branche droite de l'organigramme (Figure III.26). La branche gauche fait référence à la caractérisation des crevasses. Pour ce faire, il est nécessaire de faire apparaître les crevasses visibles sur les Figures III.30a et III.30b en blanc sur fond noir. L'application du 'ou exclusif logique' entre les images des Figures III.30 et III.34 produit les images voulues (Figures III.35a et III.35b). Les crevasses dont la surface est inférieure à 10 pixels sont ignorées vu leur faible contribution (aire crevasse  $< 0.017 \text{ mm}^2$ ).



**Figure III.35: Crevasses au sein d'une section transversale (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec.**

À partir des Figures III.35a et III.35b, les crevasses sont caractérisées à la fois globalement et individuellement. Le nombre de crevasses, l'aire totale, le ratio aire totale/aire de la section pleine et le facteur de forme des crevasses sont calculés. Pour chaque crevasse, l'aire et l'excentricité sont mesurées.

#### 4.5.3.2. *Analyse en niveau de gris*

Exception faite des crevasses, on peut considérer que chaque pixel des images initiales (Figures III.27a et III.27b) est un mélange de solide et d'eau dont le niveau de gris dépend du coefficient d'atténuation du mélange. Il est donc envisageable de déterminer des profils d'humidité au sein d'un échantillon à partir des profils de niveaux de gris en passant par une étape de calibrage.

Une méthode originale respectant la géométrie de l'échantillon a été mise au point pour la détermination des profils de niveaux de gris. L'image pleine finale (Figures III.34a et III.34b) érodée 5 fois est soustraite de l'image pleine (ou exclusif logique = différence symétrique). On obtient un 'pseudo-anneau' (Figures III.36a et III.36b) qui va être appliqué comme masque à l'image aux niveaux de gris (multiplication des deux images) d'une part et à l'image des crevasses (Figure III.35) d'autre part ('et logique' entre les images). Les images des Figures III.37a et III.37b montrent les images aux niveaux de gris correspondant au premier anneau pour un échantillon mouillé et pour un échantillon complètement sec. L'aire et le niveau de gris moyen de l'anneau sont calculés. Le masquage des images binaires des crevasses permet de calculer la fraction de vide, ou l'aire des crevasses au sein de l'anneau.

Les images aux niveaux de gris et les images des crevasses sont analysées de l'extérieur vers l'intérieur par des 'pseudo-anneaux' successifs. Les Figures III.38a et III.38b montrent les différents anneaux obtenus (successivement en blanc et en noir) pour une section d'un échantillon mouillé et d'un échantillon sec. Le nombre d'anneaux est déterminé à partir du calcul de la distance euclidienne maximale entre deux pixels de l'image. Chaque anneau correspond à une distance radiale de 0.205 mm (5 fois la taille d'un pixel).

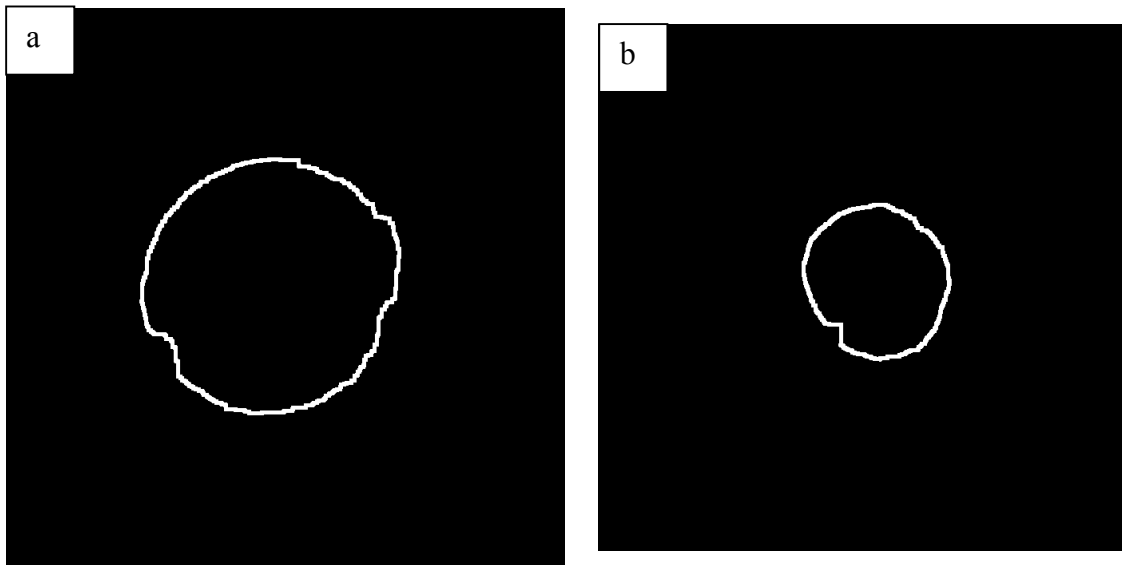


Figure III.36 : Premier anneau ‘masque’ obtenu pour une section transversale (a) d’un échantillon mouillé et (b) d’un échantillon complètement sec.

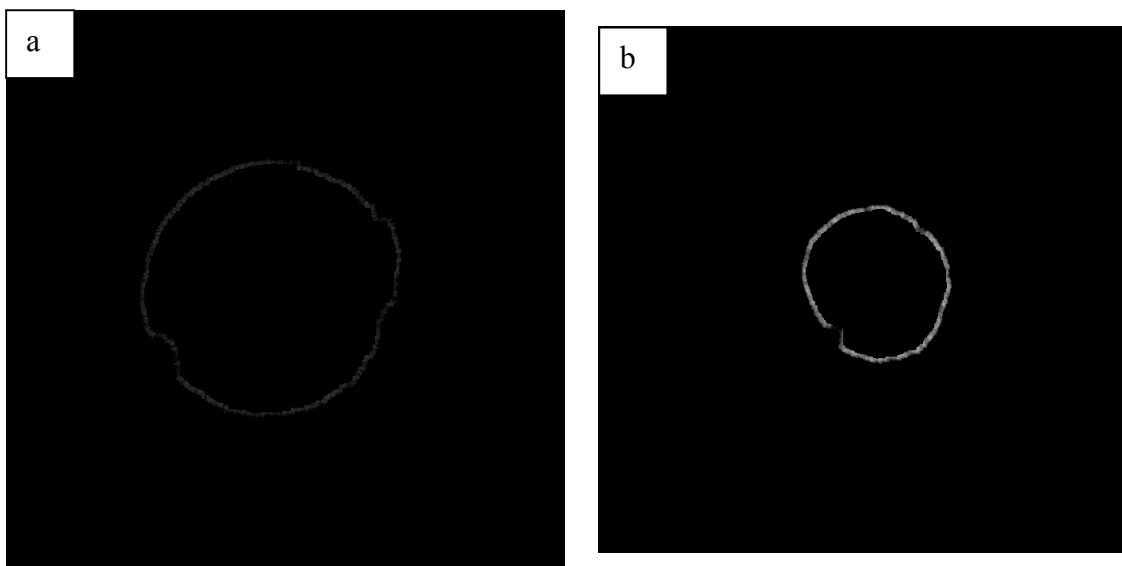
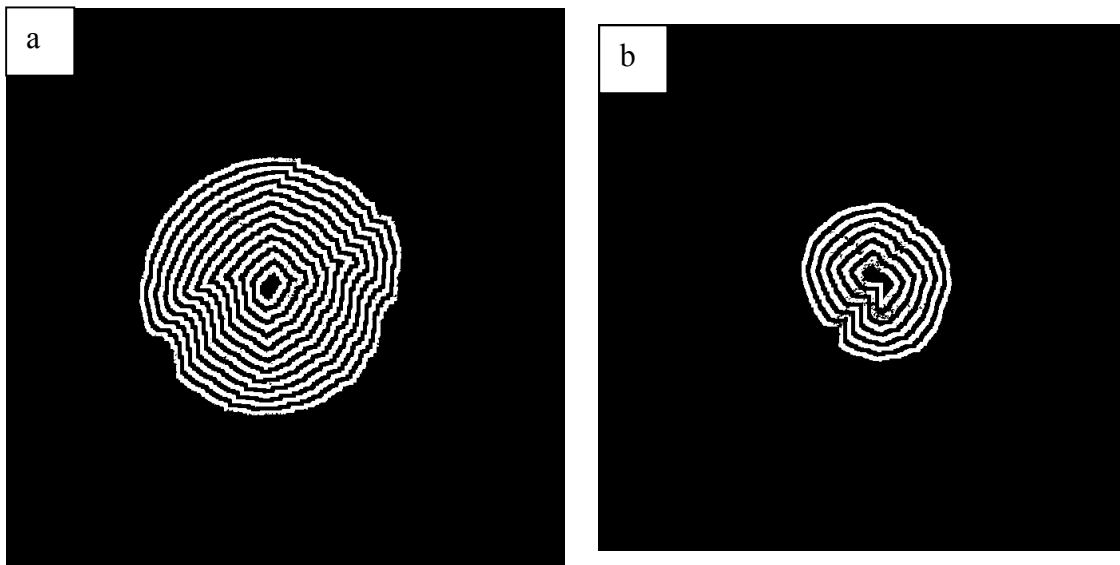


Figure III.37 : Images obtenues par application du premier anneau comme masque sur les images aux niveaux de gris d’une section transversale (a) d’un échantillon mouillé et (b) d’un échantillon complètement sec.



**Figure III.38 : Pseudo-anneaux successifs obtenus pour une section transversale (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec.**

Sur la Figure III.39, des profils de niveaux de gris sont représentés pour le même échantillon, à différents temps de séchage. Chaque profil est obtenu en faisant la moyenne des profils de toutes les sections enregistrées lors du passage dans le tomographe. Pour chaque interruption, la teneur en eau moyenne de l'échantillon calculée grâce à la pesée, est mentionnée. On peut observer que le niveau de gris moyen augmente avec la siccité du solide, ce qui signifie que le coefficient d'atténuation linéaire augmente. Le retrait subit par l'échantillon est également bien visible : la distance du bord au centre de l'objet diminue avec le taux d'humidité moyen. Le premier point de chaque profil (1<sup>er</sup> anneau) est caractérisé par un coefficient d'absorption plus faible (niveau de gris plus bas). Cette observation est systématique et résulte sans doute du processus de binarisation.

La différence entre la Figure III.39 et la Figure III.40 réside dans le fait que pour la Figure III.40, les profils d'intensité sont rapportés à la fraction de matériau humide ( $= 1 - \text{fraction de vide}$ ). A la Figure III.40, pour  $W = 0 \text{ kg/kg}$ , on remarque que cette opération permet de rétablir un profil plat correspondant uniquement à du solide sec, alors que sur la Figure III.39, le niveau de gris décroît du bord vers le centre. En effet, l'air n'absorbe pas les rayons X (niveau de gris nul) et la présence de crevasses fait chuter le niveau de gris moyen. La normalisation du niveau de gris par la fraction de matériau humide permet donc d'obtenir les caractéristiques d'absorption propres au mélange 'eau+solide'.

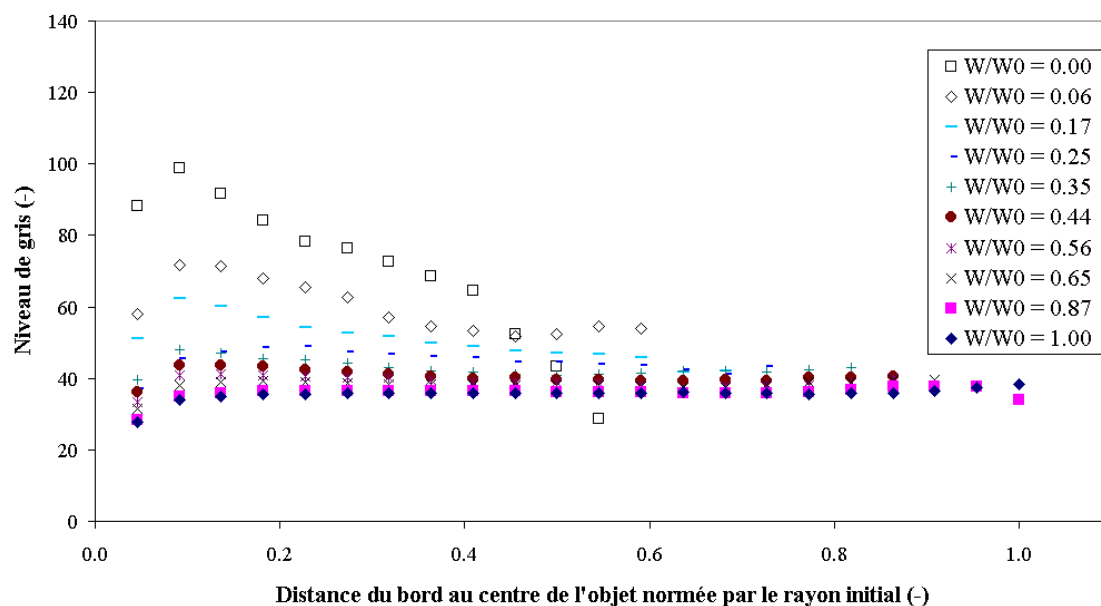


Figure III.39 : Profils de niveaux de gris du même échantillon pour différents temps de séchage correspondant à des teneurs en eau normalisées  $W/W_0$  décroissantes.

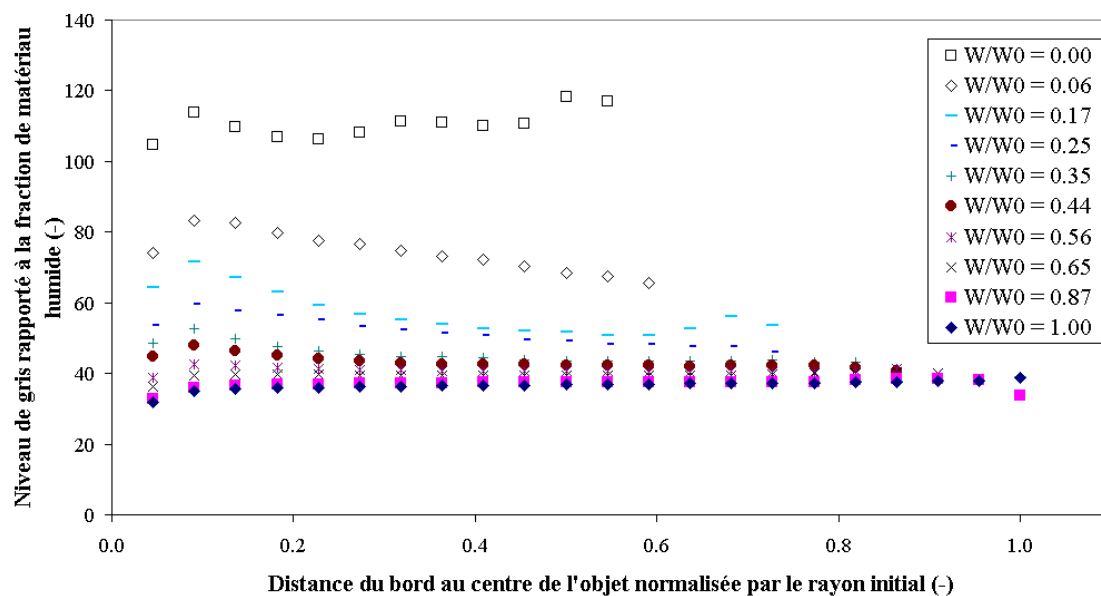


Figure III.40 : Profils de niveaux de gris rapporté à la fraction de matériau humide du même échantillon pour différents temps de séchage correspondant à des teneurs en eau normalisées  $W/W_0$  décroissantes.

Pour passer des profils en niveaux de gris rapporté à la fraction de matériau humide aux profils en humidité, il faut établir une relation entre niveau de gris et teneur en humidité. Si on pose l’hypothèse que le coefficient d’atténuation (ou le niveau de gris NG correspondant) du matériau humide peut être obtenu par une loi de mélange classique (Éq. III.27), on doit obtenir une relation linéaire entre la teneur en eau moyenne (sur base humide) et le niveau de gris du matériau humide (Éq. III.29).

$$(NG)_{\text{solide humide}} = \text{pourcentage solide} \times (NG)_{\text{solide}} + \text{pourcentage eau} \times (NG)_{\text{eau}} \quad (\text{III.27})$$

$$\text{pourcentage solide} = 100 - \text{pourcentage eau} \quad (\text{III.28})$$

$$\text{pourcentage eau} = \frac{(NG)_{\text{solide humide}} - 100(NG)_{\text{solide}}}{(NG)_{\text{eau}} - (NG)_{\text{solide}}} \quad (\text{III.29})$$

Si la composition de la boue étudiée ne varie pas, on doit retrouver cette même relation linéaire pour tous les essais. L'ensemble des données obtenues par passage dans le microtomographe et analyse d'image sont portées sur la Figure III.41 (cas de la boue de Retinne). On obtient la relation linéaire attendue qui servira de droite de calibration pour tous les essais effectués sur cette boue. On peut constater sur la Figure III.41 que la dispersion des niveaux de gris augmente lorsque l'humidité est inférieure à environ 30%. Cette dispersion importante des points est surtout due à l'hétérogénéité des échantillons en fin de séchage. Une autre explication est que la paroi du solide s'assèche plus que le centre et que de réels profils apparaissent. Il faut également noter que le niveau de gris est rapporté à la fraction de matériau humide et l'opération de division est délicate lorsque la fraction de vide est localement importante.

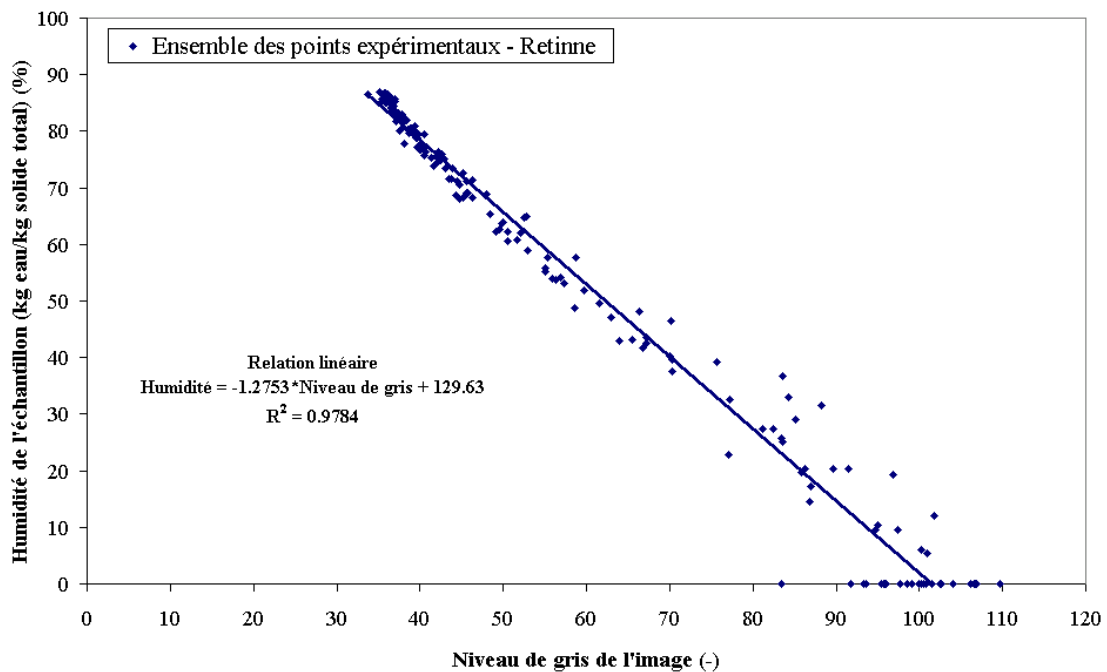
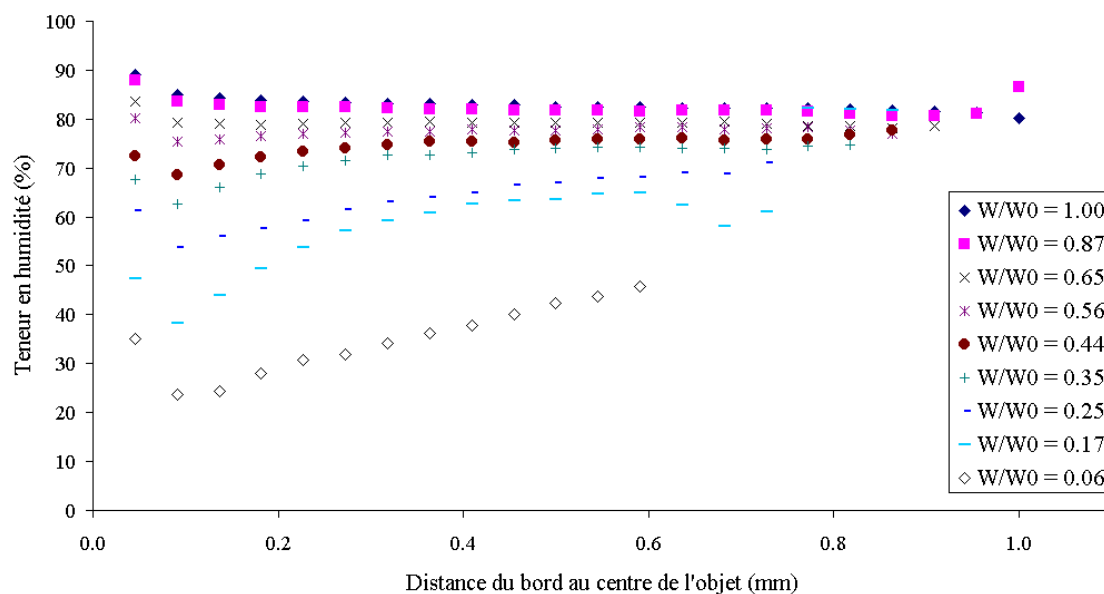


Figure III.41 : Courbe de calibration représentant la relation entre la teneur en humidité du solide et le niveau de gris de celui-ci.

À partir de la relation établie à la Figure III.41, les profils d'humidité correspondant à la Figure III.40 peuvent être tracés (Figure III.42).





**Figure III.42 : Profils d'humidité au sein d'un même échantillon pour différents temps de séchage correspondant à des teneurs en eau normalisées  $W/W_0$  différentes.**

Jusqu'à ces dernières années la technique la plus utilisée pour déterminer des profils d'humidité au cours du séchage consistait à analyser l'échantillon à l'aide de découpes successives de celui-ci (Andrieu et Stamatopoulos, 1986 ; Litchfield et Okos, 1992). La résonance magnétique nucléaire a ensuite été employée notamment pour étudier le séchage du riz (Takeuchi et al., 1997 ; Frias et al., 2002), des pâtes (Hills et al., 1997) et des pommes de terre (Ruan et al., 1991). Cette technique possède l'avantage d'être non-destructive et de pouvoir être utilisée pendant le séchage mais nécessite un calibrage complexe, un traitement assez lourd des résultats et est parfois caractérisée par un faible rapport signal sur bruit. A notre connaissance, c'est la première fois que la tomographie à rayons X est utilisée pour déterminer des profils d'humidité durant une opération de séchage. Le traitement des données peut également s'avérer fastidieux mais la majeure partie de celui-ci peut être automatisé comme signalé ci-dessous.

Tout le processus de binarisation et de caractérisation des coupes transversales (§ 3.5.3.1.) et l'analyse des niveaux de gris sont automatisés à l'aide du logiciel Matlab (version 6.1.0.450, release 12.1). La majorité des fonctions incluses dans le programme (Annexe IV) sont issues du 'Image Processing Toolbox 3.1.'. Le programme prend en charge le traitement de toutes les sections enregistrées lors d'une expérience de séchage (entre 90 et 300 images) et sauve les résultats sous forme de différents fichiers Excel.

#### 4.5.4. Projections

Les Figures III.43a et III.43b représentent deux projections, respectivement pour un échantillon mouillé et pour un échantillon totalement sec. Les opérations réalisées sur chacune des 4 projections enregistrées lors de chaque passage dans le tomographe sont résumées dans l'organigramme de la Figure III.44. Elles permettent d'obtenir une image binarisée à partir de laquelle une estimation de la hauteur est réalisée.

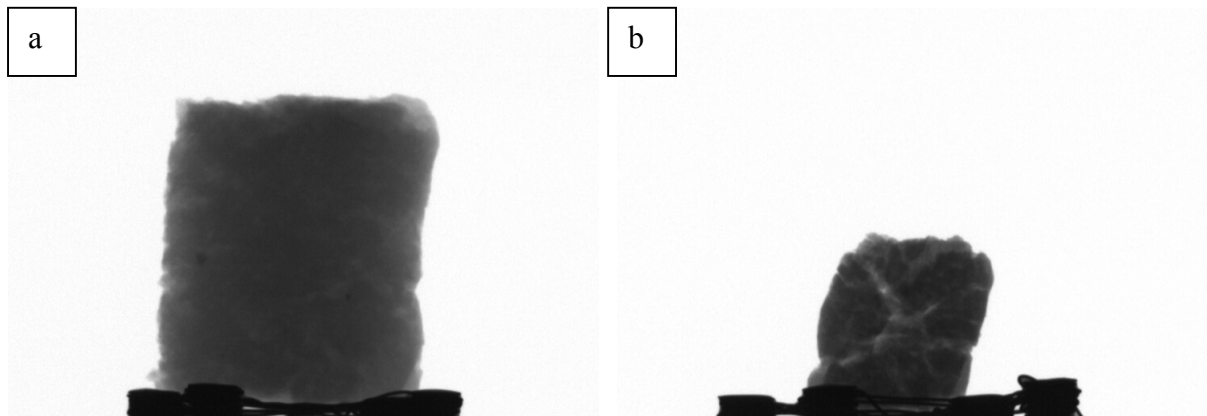


Figure III.43 : Projections initiales (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec.

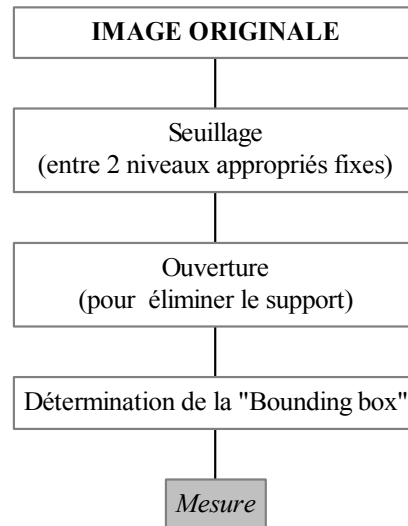
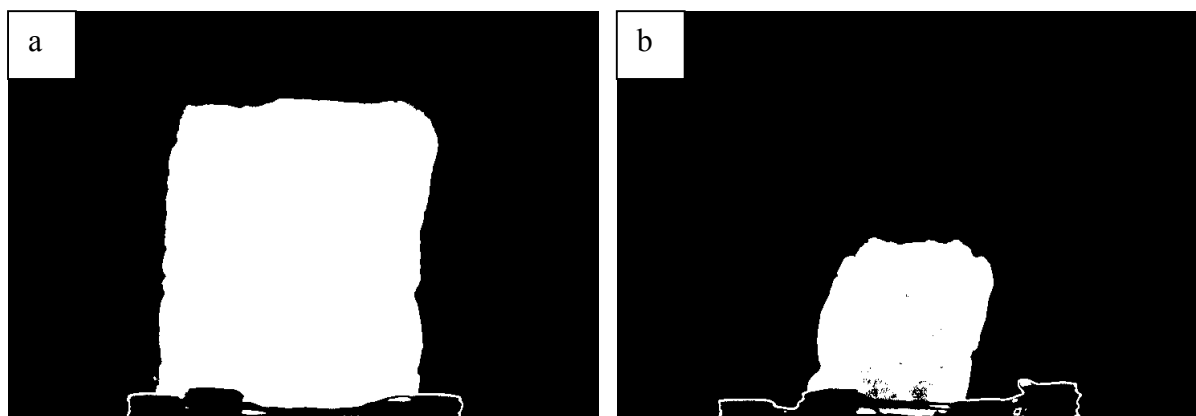


Figure III.44: Organigramme de binarisation des projections.

Après le seuillage, la majeure partie du support -qui apparaît en foncé sous l'échantillon- est éliminée (Figures III.45a et III.45b). Les niveaux de gris inférieur et supérieur qui sont conservés ont été fixés une fois pour toute pour l'ensemble des essais.



Figures III.45 : Projections (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec, après seuillage.

Le reste du support est éliminé par des ouvertures (Figures III.46a et III.46b). L'opération suivante consiste à calculer la 'bounding box' de l'image : il s'agit du plus petit rectangle contenant l'objet. La hauteur de l'échantillon est estimée à partir de la moyenne des hauteurs des bounding boxes obtenues pour les quatre projections. Le traitement des projections est l'objet d'un second programme (Annexe V) exécuté dans Matlab.

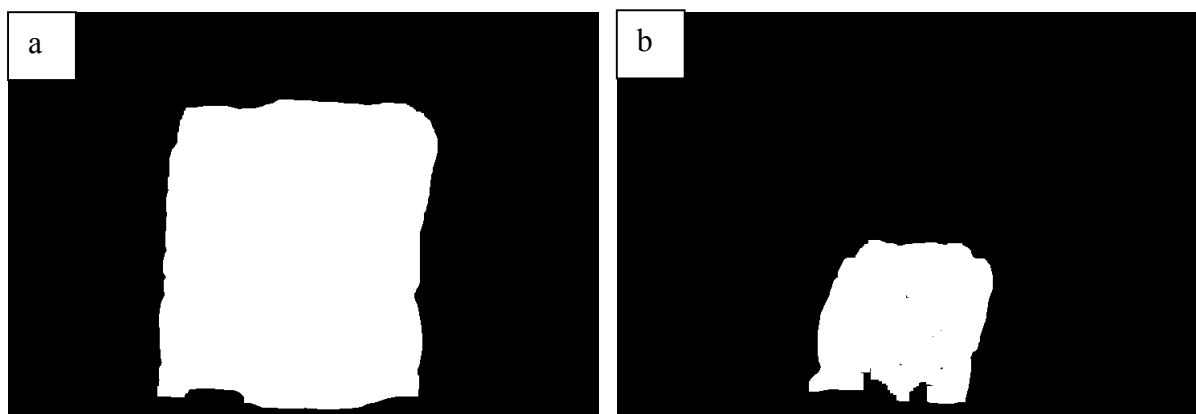


Figure III.46 : Projections (a) d'un échantillon mouillé et (b) d'un échantillon complètement sec, après élimination du support par des ouvertures.

#### 4.6. Obtention des courbes de flux : rassemblement des données issues du microsécateur et du microtomographe

Le calcul du flux massique d'eau nécessite la connaissance de la vitesse de séchage d'une part et de la surface externe d'autre part.

##### 4.6.1. Calcul de la vitesse de séchage

La dérivation d'une courbe expérimentale peut s'avérer délicate lorsque cette courbe est bruitée. En effet cette opération est sensible au bruit et accentue celui-ci (Moyné, 1985). Ceci est illustré par la courbe bleue de la Figure III.47 qui correspond à une courbe de séchage (N en fonction de W) obtenue à partir des données brutes en utilisant le quotient des différences centrées avec le pas de temps le plus court, soit 10 secondes. Afin d'éliminer ou de réduire ce bruit, il est nécessaire d'effectuer des opérations de filtrage ou de lissage.

Une première méthode consiste à allonger le pas de temps lors de la dérivation (courbes rose et jaune de la Figure III.47). Pour assurer la réduction du bruit, de longs pas de temps sont nécessaires, entraînant une perte d'une partie de l'information contenue dans les données initiales.

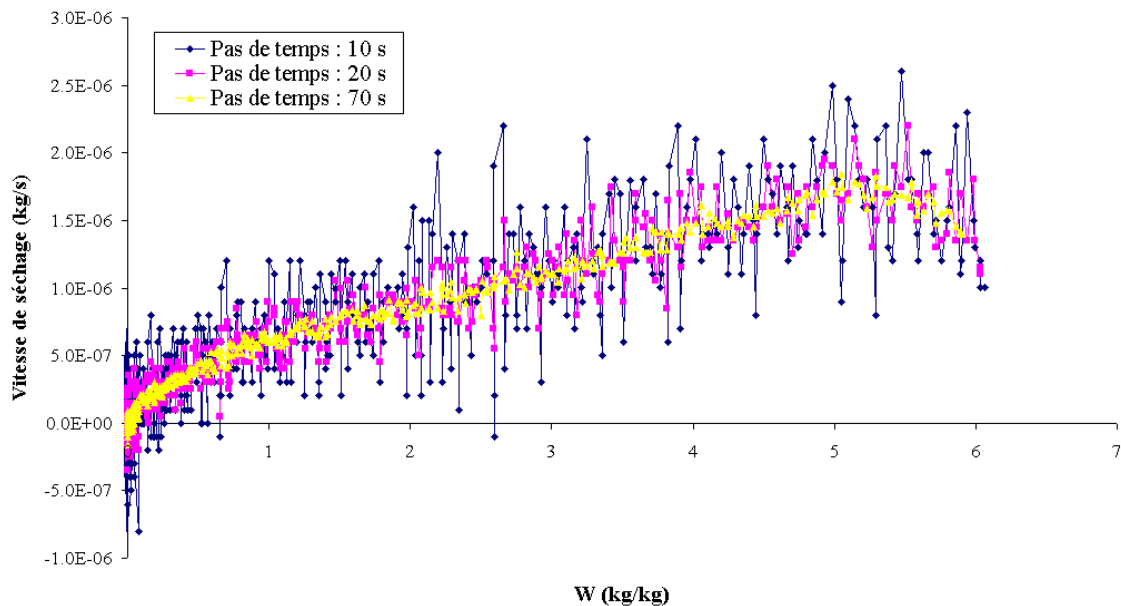


Figure III.47 : Influence de la longueur du pas de temps sur la dérivation permettant d'obtenir la vitesse de séchage.

Lanczos (1956) a proposé une formule de dérivation numérique incluant un filtrage (Éq. III.30). La Figure III.48 montre les courbes de vitesse de séchage obtenues en utilisant cette méthode. Cette méthode sacrifie les premiers et les derniers points de la courbe selon la longueur de filtrage. La méthode de Lanczos, donnant de meilleurs résultats, est retenue pour la suite avec LAG=15. Cette longueur de filtre offre un bon compromis entre les points perdus (en début et fin d'essai) et l'efficacité du filtrage.

$$\forall i \in [1+LAG, n-LAG]$$

$$k = [-LAG \ (-LAG+1) \ (-LAG+2) \ \dots \ 0 \ \dots \ (LAG-2) \ (LAG-1) \ LAG] \quad (III.30)$$

$$\text{dériv}(M_i) = \frac{kM(-LAG+i, (-LAG+1)+i, \dots, i, \dots, (LAG-1)+i, LAG+i)}{kk^{\text{Transposé}} dt}$$

- LAG = demi-longueur du filtre, en nombre de points expérimentaux
- dt = intervalle d'échantillonnage
- n = nombre d'observations
- M = masse de l'échantillon

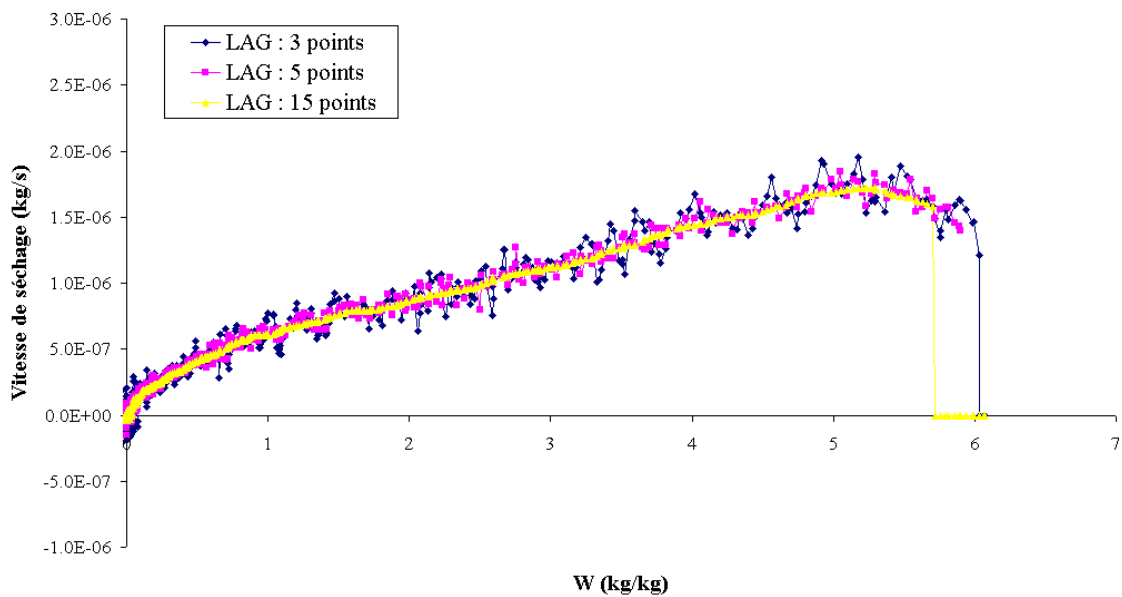


Figure III.48 : Vitesse de séchage obtenue par dérivation suivant la formule de Lanczos.

Au filtrage inclus dans la formule de dérivation de Lanczos, on peut envisager l'ajout d'un filtrage préalable des données brutes. Il existe de nombreuses méthodes de filtrage. Une des méthodes les plus simples est l'ajustement d'un polynôme sur la courbe de perte de masse comme proposé par Moyne (1985).

Un autre type de filtrage consiste à utiliser un filtre à réponse impulsionnelle finie ou moyenne mobile. Ce filtre appartient à la catégorie des filtres dynamiques qui constituent une sous-classe des filtres linéaires. Les filtres dynamiques sont caractérisés par une fonction de transfert ayant la forme d'une fraction rationnelle (Éq. III.31) (Oppenheim et al., 1989). Dans le cas d'un filtre à moyenne mobile (moving average), le dénominateur vaut l'unité ( $a_0 = 1$  et  $a_i = 0$  pour  $i$  allant de 1 à  $M$ ).  $z$  est une variable complexe. Le filtre testé dans ce travail est utilisé en aller-retour sur les données, et respecte les conditions initiales et finales. Les coefficients  $b_j$  sont identiques et valent l'inverse de la longueur sur laquelle la pondération est désirée.

$$H(z) = \frac{\sum_{j=0}^N b_j z^{-j}}{\sum_{i=0}^M a_i z^{-i}} \quad (\text{III.31})$$

La méthode de décomposition par ondelettes, plus récente, a été développée dans les années 80 (Grossmann et al., 1984). Il s'agit d'une méthode d'analyse de signal non stationnaire qui permet d'analyser le contenu fréquentiel d'un signal à un niveau local. La décomposition en ondelettes est utilisée pour différents types d'applications (compression de données, reconnaissance de formes,...) et est particulièrement bien adaptée au filtrage des signaux non périodiques comprenant des composantes d'échelles de temps très différentes. On pourrait donc définir les ondelettes comme un filtre de taille variable qui s'adapte à la résolution du signal.

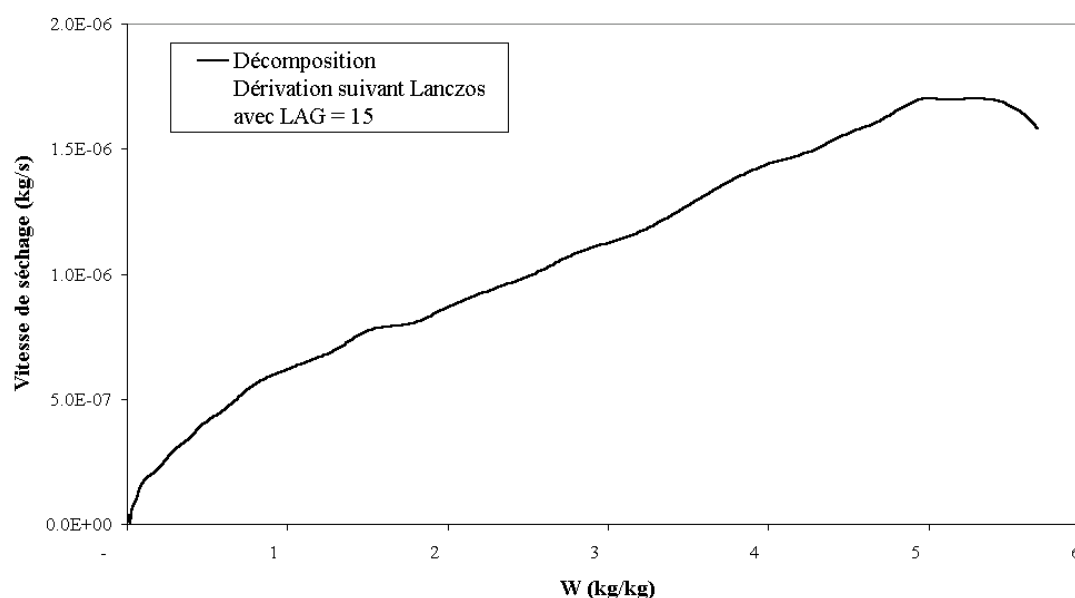
Alors que la transformée de Fourier décompose un signal en sinusoides de fréquences et d'amplitudes différentes, la décomposition en ondelettes scinde un signal ( $S_0$ ) en une approximation du signal ( $S_1$ ) et une déviation ( $D_1$ ) par rapport à ce signal en ondelettes d'une même famille. Cette famille d'ondelettes est obtenue par des opérations de dilatation ou de compression puis de translation d'une ondelette dite analysante. La transformée en ondelettes d'une fonction est définie par des coefficients d'ondelettes de la fonction. Le signal est construit à partir de ces coefficients. Une ondelette analysante est limitée dans le temps (non périodique) et possède une valeur moyenne nulle. La décomposition est répétée un nombre de fois égal à l'ordre ( $n$ ) de la décomposition (Éq. III.32). L'ondelette testée est de type Daubechies (db3) et l'ordre 4 a été retenu.

$$S_0 = S_1 + D_1 = \dots = S_n + D_n + D_{n-1} + \dots + D_1 \quad (\text{III.32})$$

Les différents filtres ont été testés avec le logiciel Matlab 6.1 (Release 12.1). L'efficacité des méthodes de filtrage des courbes de perte de masse est évaluée en calculant la somme des carrés des résidus (RES) qui permet de contrôler la fidélité du signal filtré vis-à-vis du signal initial. Les meilleurs résultats (RES le plus faible) sont obtenus avec les ondelettes qui respectent le signal de départ tout en ôtant la majeure partie du bruit. Le Tableau III.3 reprend les valeurs de RES obtenues pour les trois filtres utilisés. En ce qui concerne l'ajustement d'un polynôme, RES diminue avec l'ordre du polynôme pour se stabiliser au-delà de l'ordre 10. Pour le filtre à moyenne mobile aller-retour, RES augmente avec la longueur sur laquelle la pondération est effectuée, mais la dérivée résultante est de plus en plus lisse. Pour le filtrage par décomposition en ondelettes, la somme des carrés des résidus obtenue est la plus faible de toutes celles obtenues précédemment. La dérivée (Lanczos) est moins lisse que dans le cas de l'ajustement d'un polynôme mais correspond sans doute plus à la réalité de l'expérience (Figure III.49). Suite à ces observations, notre choix s'est porté sur le filtrage des courbes de perte de masse par la décomposition en ondelettes suivie d'une dérivation selon la formulation Lanczos (avec LAG=15).

**Tableau III.3 : Valeurs de RES obtenues avec les trois méthodes de filtrage des données de perte de masse**

Ordre du polynôme	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20
RES	0.2361	0.0815	0.0320	0.0177	0.0177	0.0091	0.0044	0.0039	0.0036	0.0036
Longueur de pondération du filtre aller retour à moyenne mobile	5	10	15	20						
RES	0.0023	0.0029	0.0033	0.0037						
RES Décomposition en ondelettes	0.00010									



**Figure III.49 : Courbe de vitesse de séchage en fonction de la teneur en eau obtenue par filtrage des données par la méthode des ondelettes (ordre 4 et ondelette db3) suivie d'une dérivation suivant la formule de Lanczos (LAG = 15).**

#### 4.6.2. Calcul de la surface externe

Pour chaque interruption du séchage, le diamètre équivalent moyen ( $d_{\text{éq}}$ , mm), obtenu par la moyenne sur les différentes sections, et la hauteur moyenne ( $H$ , mm) sont utilisés pour calculer la surface externe de l'échantillon. On pose l'hypothèse que l'échantillon est parfaitement cylindrique et que toute la surface externe est en contact avec l'air de séchage (Éq. III.33).

$$A = \pi d_{\text{éq}} H + 2 \frac{\pi d_{\text{éq}}^2}{4} \quad (\text{III.33})$$

Compte tenu du fait que l'échantillon perd une faible quantité d'eau pendant le passage dans le tomographe, la teneur en eau correspondant à l'interruption est calculée à partir de la moyenne des masses avant et après tomographie. On obtient alors une

courbe d'évolution de la surface externe en fonction de la teneur en eau (Figure III.50). La courbe de flux massique est illustrée à la Figure III.51.

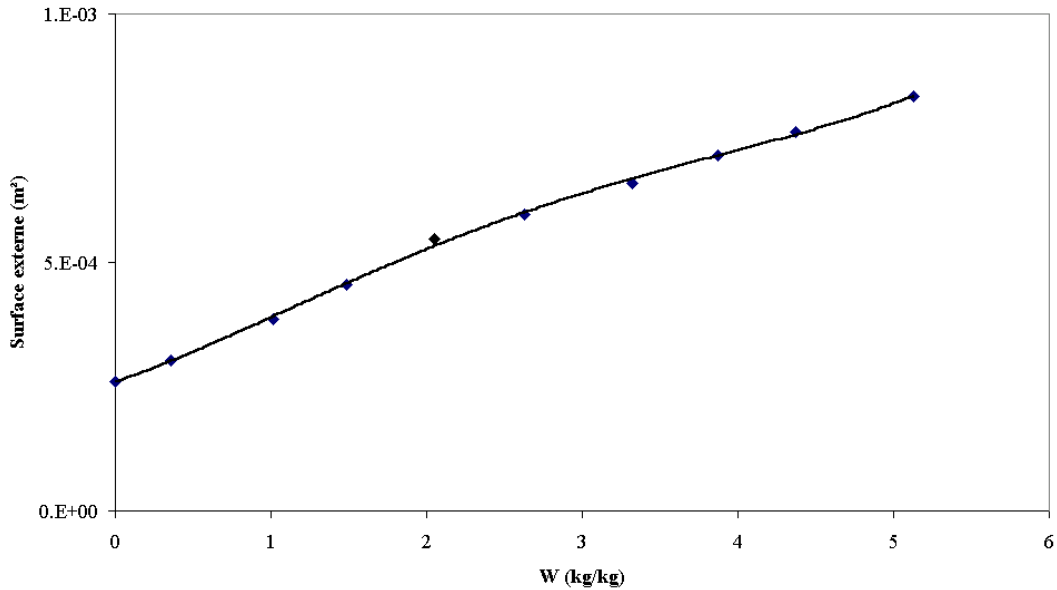


Figure III.50 : Évolution de la surface externe normée par la masse initiale avec la teneur en eau (◆) – Lissage polynomial (—).

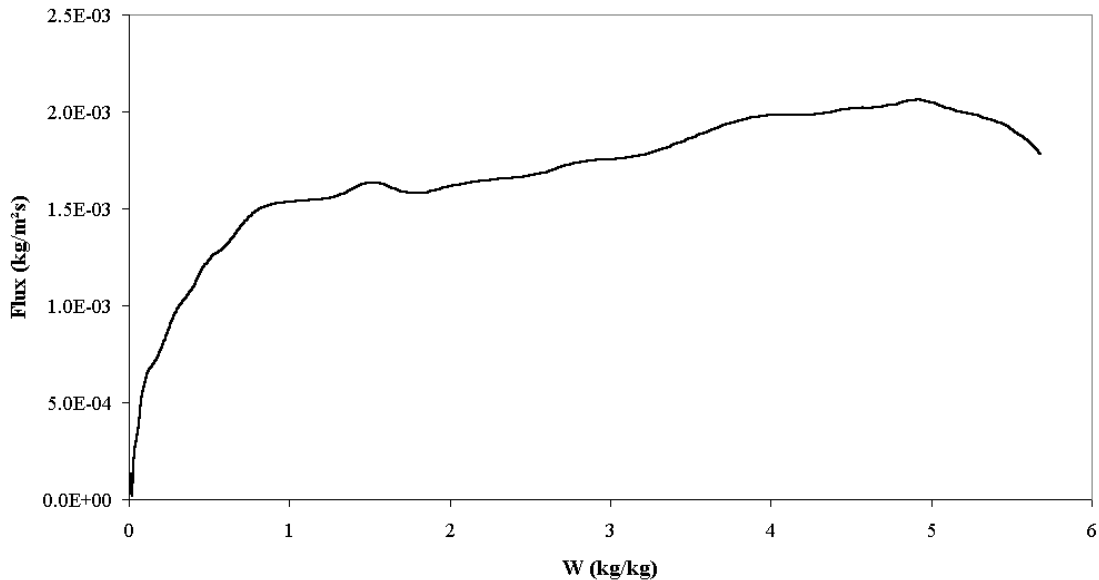


Figure III.51 : Évolution du flux matériel en fonction de la teneur en eau.

#### 4.7. Courbes de retrait

Une courbe de retrait décrit l'évolution du volume normé par le volume initial ( $V/V_0$  (-)) en fonction de la teneur en eau sur base sèche. Dans la littérature, la plupart des courbes de retrait sont déterminées manuellement, à l'aide de compas (Ratti, 1994 ; Moreira et al., 2002), ou par mesure de volume déplacé (Lozano et al., 1983 ; Lewicki et al., 1992 ; Zogzas et al., 1994 ; Sjöholm et al., 1995). Par rapport à ces méthodes, la



microtomographie à rayons X présente l'avantage d'être non destructive et de posséder une excellente précision grâce à sa résolution. May et Perré utilisent depuis peu un système présentant les mêmes avantages, basé sur de la micrométrie laser (May et al., 2002). A l'aide de deux faisceaux laser croisés ils suivent la taille de l'échantillon en cours de séchage. Cependant, ce dispositif ne peut pas être employé à des températures supérieures à 50°C et ne permet pas d'accéder à la structure interne de l'échantillon étudié. L'usage de caméra CCD (Abud-Archila et al., 1999) ou de techniques photographiques couplées à l'analyse d'images sont plus rarement mentionnées.

Dans ce travail, les courbes de retrait sont obtenues suivant le même principe que la surface externe. Pour chaque interruption, le volume est calculé à partir du diamètre équivalent moyen et de la hauteur moyenne. La teneur en eau correspondant à chaque interruption est obtenue par moyenne comme décrit au paragraphe précédent. La Figure III.52 montre une courbe de retrait obtenue suivant cette méthode.

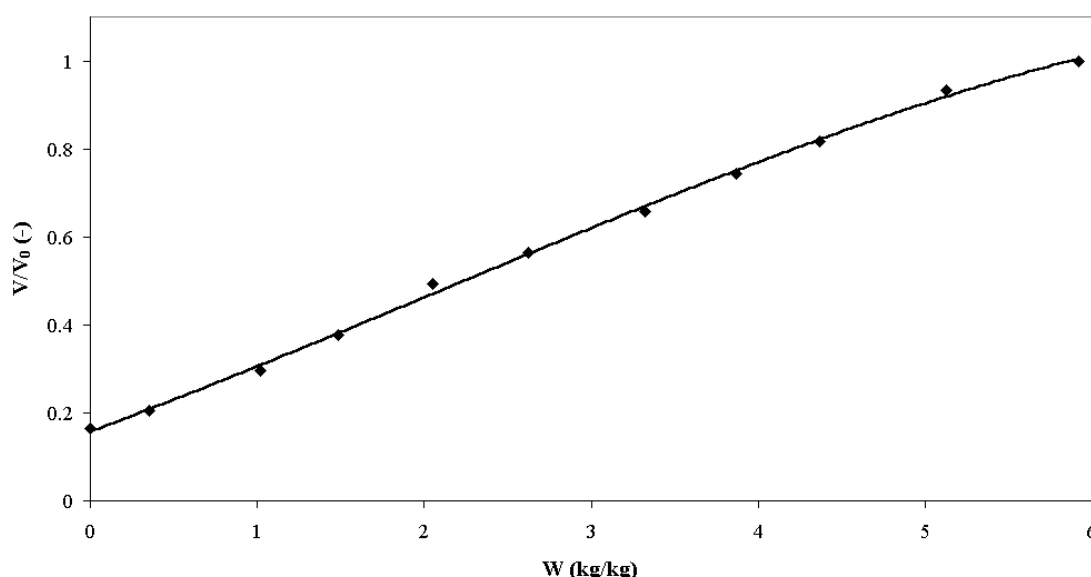


Figure III.52 : Courbe de retrait (♦) – Lissage polynomial (—).

#### 4.8. Caractérisation de la texture

Au cours du séchage, la texture du matériau évolue, notamment par l'apparition de crevasses ou de fissures. La fissuration est un phénomène souvent non désiré. En agroalimentaire, fissuration rime souvent avec perte de qualité (Buvanasundaram et al., 1996 ; Kamst et al., 1999). Ce phénomène préoccupe également le secteur des matériaux de construction (Beyea et al., 1998 ; Kim et al., 1998). Différentes techniques sont utilisées dans des domaines divers pour détecter la présence ou non de fissures. Parmi celles-ci on trouve la résonance magnétique nucléaire (Rongsheng et al., 1992), la microscopie à balayage (Gunasekaran et al., 1985), la radiographie à rayons X (Wozniak et al., 1999), la photographie après découpe (Akiyama et al., 1997). La microtomographie utilisée dans ce travail permet elle aussi de détecter l'apparition de fissures en cours de séchage. Le principal avantage de la microtomographie est son caractère non-destructif.

La quantification et la caractérisation des crevasses sont effectuées à partir des données issues de l'analyse d'images. Une première information réside dans l'évolution de la surface occupée par les crevasses par rapport à la surface totale que l'on appelle 'fraction de crevasses' ou 'ratio crevasse' (Figure III.53). C'est une mesure de la porosité « macroscopique » du matériau. Une seconde information se situe au niveau de l'évolution du nombre de crevasses qui peut être relié à la connexité de celles-ci. L'orientation des crevasses constitue un troisième type d'information. Enfin, les crevasses peuvent être caractérisées par leur facteur de forme et par leur excentricité.

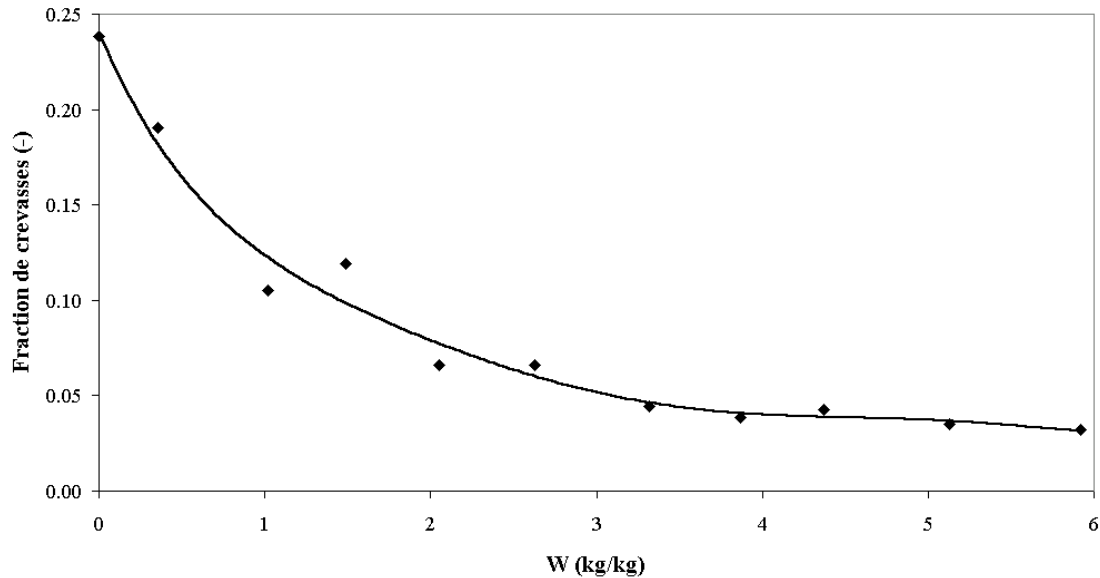


Figure III.53 : Évolution de la fraction de crevasse avec la teneur en eau (♦) – Lissage polynomial (—).

#### 4.9. Plan expérimental d'étude du séchage

L'influence de trois variables expérimentales sur la cinétique de séchage a été étudiée : la température, la vitesse et l'humidité de l'air. À cette fin un plan expérimental à trois niveaux a été élaboré. Les trois températures étudiées ont été fixées à 80, 120 et 160°C. L'air a été utilisé à humidité ambiante et l'ajout de vapeur a permis d'atteindre des pressions partielles en vapeur d'eau valant approximativement 20 et 40 kPa. Ces pressions partielles correspondent à des humidités absolues de 0.15 et 0.41 kg/kg. En fonction de la température et de l'humidité relative de l'air, les débits d'air ont été choisis de manière à atteindre des vitesses superficielles de 1, 2 et 3 m/s. Les conditions expérimentales choisies correspondent à des situations rencontrées dans le séchage industriel des boues (Janssens, 1998).

Dans ce chapitre, l'ensemble du matériel et des méthodes dans ce travail ont été exposés. Dans un souci de clarté, quelques renvois vers différents points de ce chapitre seront effectués par la suite.

## 5. Références

Abu-Orf, M. M., et Dentel, S. K., "Effect of mixing on the rheological characteristics of conditioned sludge: full-scale studies," *Wat. Sc. Tech.*, **36**, 51-60 (1997).

AFNOR, *Tests on sludges - Determination of properties related to thickening capacity*, AFNOR T 97-001 (1979).

AIDE, "Stations d'épuration en service," [En ligne]. <http://www.aide.be> (Page consultée le 24-1-2000).

Akiyama, T., Hong, L., et Hayakawa, K. I., "Hygrostress-multicrack formation and propagation in cylindrical viscoelastic food undergoing heat and moisture transfer processes," *Int. J. Heat Mass Transfer*, **40**, 1601-1609 (1997).

Alié, C., Pirard, R., et Pirard, J. P., "Mercury porosimetry: applicability of the buckling-intrusion mechanism to low-density xerogels," *J. Non-Cryst. Solids*, **292**, 138-149 (2001).

Alvarez, R. E., et Macovski, A., "Energy-selective reconstructions in x-ray computerized tomography," *Phys. Med. Biol.*, **21**, 733-744 (1976).

APHA, AWWA, et WPCF, *Standard methods for the examination of water and wastewater*, American Public Health Association : Washington DC (1985).

Baudez, J. C., *Rhéologie et physico-chimie des boues résiduaires pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage*, Thèse de doctorat, Ecole Nationale du Génie Rural, des Eaux et Forêts, Paris (2001).

Bierck, B. R., et Dick, R. I., "Mechanisms of compressible sludge cake shrinkage," *J. Environ. Eng. -ASCE*, **116**, 663-682 (1990).

Broekhoff, J. C. P., et de Boer, J. H., "Studies on pore systems in catalysts, IX. Calculation of pore distributions from the adsorption branch of nitrogen sorption isotherms in the case of open cylindrical pores," *J. Catal.*, **9**, 8 (1967).

Brooks, R. A., et Di Chiro, G., "Principles of computer assisted tomography," *Phys. Med. Biol.*, **21**, 689-732 (1976).

Brunauer, S., Emmet, P. H., et Teller, E., "Adsorption of gases in multimolecular layers," *J. Am. Chem. Soc.*, **60**, 309-319 (1938).

Buvanasundaram, K., Mukai, N., Tsudaka, T., et Hozawa, M., "Experimental and theoretical studies on drying of food materials," *J. Chem. Eng. Jpn.*, **29**, 105-111 (1996).

Christensen, G. L., et Dick, R. I., "Specific resistance measurements : methods and procedures," *J. Environ. Eng. -ASCE*, **111**, 258-271 (1985).

- Coster, M., et Chermant, J. L., *Précis d'analyse d'images*, CNRS : Paris (1985).
- Degrémont, *Mémento technique de l'eau*, Lavoisier - Technique et Documentation : Paris (1989).
- Dentel, S. K., "Evaluation and role of rheological properties in sludge management," *Wat. Sc. Tech.*, **36**, 1-8 (1997).
- Dick, R. I., et Ewing, B. B., "The rheology of activated sludge," *Journal-Water Pollution Control Federation*, **39**, 543-560 (1967).
- Fisher Bioblock Scientific. Catalogue Bioblock 2002 (2002).
- Frias, J. M., Foucat, L., Bimbenet, J. J., et Bonazzi, C., "Modeling of moisture profiles in paddy rice during drying mapped with magnetic resonance imaging," *Chem. Eng. J.*, **86**, 173-178 (2002).
- Grossmann, A., et Morlet, J., "Decomposition of Hardy functions into square integrable wavelets of constant shape," *SIAM J. Math. Anal.*, **15**, 723-736 (1984).
- Gunasekaran, S., Deshpande, S. S., Paulsen, M. R., et Shove, G. C., "Size characterization of stress cracks in corn kernels," *Trans. ASAE*, **28**, 1668-1672 (1985).
- Haas, A., Matheron, G., et Serra, J., "Morphologie mathématique et granulométrie en place. 1<sup>ère</sup> partie," *Ann. Mines*, **11**, 735-753 (1967a).
- Haas, A., Matheron, G., et Serra, J., "Morphologie mathématique et granulométrie en place. 2<sup>ème</sup> partie," *Ann. Mines*, **12**, 767-782 (1967b).
- Hills, B. P., Godward, J., et Wright, K. M., "Fast Radial NMR Microimaging Studies of Pasta Drying," *J. Food Eng.*, **33**, 321-335 (1997).
- Hsieh, J., Molthen, R. C., Dawson, C. A., et Johnson, R. H., "An iterative approach to the beam hardening correction in cone beam CT," *Medical Physics*, **27**, 23-29 (2000).
- Janssens, O., Sevar Entsorgungsanlagen, Communication personnelle (1998).
- Joris, C., *Caractérisation et aptitude au séchage de boues provenant d'une unité de nitrification-dénitrification*, Mémoire de fin d'études, Haute École de la Province de Liège Rennequin Sualem (ISIL) (2001).
- Kak, A. C., et Slaney, M., *Principles of Computerized tomographic imaging*, IEEE Press Inc : New-York (1988).
- Kamst, G. F., Vasseur, J., Bonazzi, C., et Bimbenet, J. J., "A new method for the measurement of the tensile strength of rice grains by using the diametral compression test," *J. Food Eng.*, **40**, 227-232 (1999).

Kim, J.-K., et Lee, C.-S., "Prediction of differential drying shrinkage in concrete," *Cement Concrete Res.*, **28**, 985-994 (1998).

Kopp, J., et Dichtl, N., Characterisation. Dans : *Sludge into biosolids. Processing, disposal and utilization*, Spinosa, L et Vesilind, P. A., éd. ; IWA Publishing : Londres; pp.19-39 (2001).

Labuza, T. P., "IFT short course. Water activity and sorption isotherms", [En ligne]. <http://www.wateractivity.org/LabuzaIFT2002.pdf> (Page consultée le 6-9-2002).

Lanczos, C., *Applied analysis*, Prentice Hall : Englewood Cliffs, N.J. (1956).

Lecloux, A. J., et Pirard, J. P., "The importance of standard isotherms in the analysis of adsorption isotherms for determining the porous structure of solids," *J. Colloid Interface Sci.*, **70**, 265-281 (1979).

Lewicki, P. P., et Witrowa, D., Heat and mass transfer in externally controlled drying of vegetables. Dans : *Drying' 92*, Mujumdar, A S, éd ; Elsevier Science Publishers B.V.; pp.884-891 (1992).

Litchfield, J. B., et Okos, M. R., "Moisture diffusivity in pasta during drying," *J. Food Eng.*, **17**, 117-142 (1992).

Lozano, J. E., Rotstein, E., et Urbicain, M. J., "Shrinkage, porosity and bulk density of foodstuffs at changing moisture contents," *J. Food Sci.*, **48**, 1497-1553 (1983).

Macosko, C. W., *Rheology. Principles, measurements, and applications*, Wiley/VCH : Poughkeepsie, NY (1994).

Marchot, P., Toyé, D., Crine, M., Pelsser, A. M., et L'Homme, G., "Investigation of liquid maldistribution in packed columns by x-ray tomography," *Chemical Engineering Research and Design*, **77**, 511-518 (1999).

May, B. K., et Perré, P., "The importance of considering exchange surface area reduction to exhibit a constant drying flux period in foodstuffs," *J. Food Eng.* (2002).

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

Moore, J. F., Ravi Chandran, V. C., et Reiter, R. F., "Better imaging : the key to better cargo inspection", [En ligne]. [http://www.bio-imaging.com/news/better\\_imaging.html](http://www.bio-imaging.com/news/better_imaging.html) (Page consultée le 4-9-2002).

Moreira, R., Figueiro, A., et Sereno, A. A., "Shrinkage of apple disks during drying by warm air convection and freeze drying," *Drying Technol.*, **18**, 279-294 (2002).

Moyne, C., "Etablissement des courbes de séchage - Courbes caractéristiques et exploitation," *Cahier De L'AFSIA N°1*, pp.3-18, 1985.

- Oppenheim, A. V., et Schafer, R. W., *Discrete-time signal processing*, Prentice-Hall : Upper Saddle River, NJ (1989).
- Otsu, N., "A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms," *IEEE Trans. Syst. Man Cybern.*, **9**, 62-66 (1979).
- Poitou, A., Racineux, G., et Burlion, N., "Identification and measurement of pastes rheological properties-effect of water dissociation," *Wat. Sc. Tech.*, **36**, 19-26 (1997).
- Ratti, C., "Shrinkage during drying of foodstuffs," *J. Food Eng.*, **23**, 101-105 (1994).
- Rongsheng, R., Litchfield, J. B., et Eckhoff, S. R., "Simultaneous and nondestructive measurement of transient moisture profiles and structural changes in corn kernels during steeping using microscopic nuclear magnetic resonance imaging," *Cereal Chem.*, **69**, 600-606 (1992).
- Ruan, R., Schmidt, S. J., Schmidt, A. R., et Litchfield, J. B., "Non-destructive measurement of transient moisture profiles and moisture diffusion coefficient in a potato during drying and absorption by NMR imaging," *J. Food Process Eng.*, **14**, 297-313 (1991).
- Sanin, F. D., et Vesilind, P. A., "Synthetic sludge : a physical/chemical model in understanding bioflocculation," *Water Environment Research*, **68**, 927-933 (1996).
- Sanin, F. D., et Vesilind, P. A., "A comparison of physical properties of synthetic sludge with activated sludge," *Water Environment Research*, **71**, 191-196 (1999).
- Sasov, A., et Van Dyck, D., "Desktop X-ray microscopy and microtomography," *J. Microsc.*, **191**, 151-158 (1998).
- Serra, J., *Image analysis and mathematical morphology*, Vol 1, Academic Press : New York (1982).
- Sjoholm, I., et Gekas, V., "Apple shrinkage upon drying," *J. Food Eng.*, **25**, 123-130 (1995).
- Skyscan, 1074 portable X-ray micro-CT scanner instruction manual, Skyscan : Aartselaar (2000).
- Slatter, P. T., "Sludge pipeline design," *Water Science and Technology: a Journal of the International Association on Water Pollution Research*, **44**, 115-120 (2001).
- Takeuchi, S., Fukuoka, M., Gomi, Y., Maeda, M., et Watanabe, H., "An Application of Magnetic Resonance Imaging to the Real Time Measurement of the Change of Moisture Profile in a Rice Grain during Boiling," *J. Food Eng.*, **33**, 181-192 (1997).
- Toye, D., Marchot, P., Crine, M., Pelsser, A.-M., et L'Homme, G., "Local measurements of void fraction and liquid holdup in packed columns using X-ray computed tomography," *Chem. Eng. Process.*, **37**, 511-520 (1998).

Ueta, K., Tani, K., et Kato, T., "Computerized X-ray tomography analysis of three-dimensional fault geometries in basement-induced wrench faulting," *Engineering Geology*, **56**, 197-210 (2000).

*Ulmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Vol. B2 : Unit Operations I, Gerhartz, W., éd. ; VCH : Weinheim (1988).

Urbain, V., Manem, J., et Block, J. C., "Bioflocculation in activated sludge :an analytic approach," *Wat. Res.*, **27**, 829-838 (1993).

Van Geet, M., Swennen, R., et Wevers, M., "Quantitative analysis of reservoir rocks by microfocus X-ray computerised tomography," *Sedimentary Geology*, **132**, 25-36 (2000).

Vinegar, H. J., et Wellington, S. L., "Tomographic imaging of three-phase flow experiments," *Rev. Sci. Instrum.*, **58**, 96-107 (1987).

Washburn, E. W., "Note on a method of determining the distribution of pore sizes in a porous material," *Proc. Nat. Acad. Sci.*, 115 (1921).

Wildenschild, D., Vaz, C. M. P., Rivers, M. L., Rikard, D., et Christensen, B. S. B., "Using X-ray computed tomography in hydrology: systems, resolutions, and limitations," *Journal of Hydrology*, **267**, 285-297 (2002).

Wozniak, W., Niewczas, J., et Kudra, T., "Internal damage vs. mechanical properties of microwave-dried wheat grains," *Int. Agrophysics*, **13**, 259-268 (1999).

Yen, P. S., Chen, L. C., Chien, C. Y., Wu, R. M., et Lee, D. J., "Network strength and dewaterability of flocculated activated sludge," *Wat. Res.*, **36**, 539-550 (2002).

Zogzas, N. P., Maroulis, Z. B., Marinos-Kouris, D., et Savaracos, G. D., Densities, shrinkage and porosity of some vegetables during air drying. Dans : *Drying'94*, Mujumdar, A S, ed; Elsevier Science Publishers B.V.; pp. 863-871 (1994).

## CHAPITRE IV. CONDITIONNEMENT ET DÉSHYDRATATION : ANALYSE DES RÉSULTATS

---

Comme expliqué dans le chapitre précédent, nous avons fait le choix de travailler avec des boues ‘réelles’ prélevées après l’étape d’épaississement dans les stations d’épuration de Retinne et d’Embourg toutes deux gérées par l’AIDE. Ce choix implique la mise au point d’une procédure permettant de produire des boues déshydratées dont la siccité est reproductible et la plus élevée possible compte tenu des coûts relatifs des opérations de séchage et de déshydratation mécanique. Elle devra en tout cas être proche de la siccité atteinte dans les stations d’épuration.

Le premier but de ce chapitre est de déterminer les conditions opératoires optimales de conditionnement et de déshydratation. Il s’agit donc d’identifier expérimentalement le couple ‘dose de floculant- $\Delta P$  de filtration’ permettant l’obtention de gâteaux de boue présentant les caractéristiques mentionnées plus haut en terme de siccité.

Le deuxième objectif de ce chapitre est d’évaluer si la texture du gâteau obtenu est liée à la procédure de conditionnement et de déshydratation. Pour ce faire, différentes méthodes de caractérisation (rhéologie, isothermes de désorption de vapeur d’eau) sont employées.

Le troisième but du chapitre est d’étudier l’éventuelle influence de la quantité de floculant ajouté et du  $\Delta P$  de filtration sur la cinétique de séchage. À cette fin, des essais de séchage sont menés sur des extrudats obtenus à partir de chaque gâteau de filtration.

En outre, l’emploi des techniques de caractérisation et les essais de séchage vont permettre d’établir s’il existe des similitudes ou des différences entre les deux boues utilisées.

La procédure de conditionnement et de déshydratation développée dans ce chapitre servira dans la suite du travail à produire les gâteaux à partir desquels seront extrudés les échantillons soumis au séchage.

### 1. Étude du conditionnement et de la déshydratation

Le Tableau IV.1. indique la siccité et la teneur en matières volatiles des boues de Retinne et d’Embourg mesurées juste après le prélèvement dans les stations. On remarque que la siccité de la boue de Retinne est supérieure à celle d’Embourg. Par contre, le taux de matières volatiles rapportées à la quantité de matières sèches est



inférieur pour Retinne, indiquant que cette boue est moins organique. Ceci peut être liée à l'ajout de chaux effectué lors de l'épaississement à Retinne. Les taux de matières volatiles mesurés pour les deux boues se situent dans la gamme couramment rencontrée pour les boues mixtes (Degrémont, 1989).

**Tableau IV.1 : Siccité et teneur en matières volatiles des boues d'Embourg et de Retinne avant déshydratation**

	Siccité (%)	Matières volatiles rapportées à la matière sèche (%/MS)
Retinne	3.7±0.03	50±2
Embourg	3.0±0.05	64±0.2

### 1.1. Boue de Retinne

Le Tableau IV.2 décrit le plan expérimental qui a été adopté pour déterminer l'influence des conditions opératoires sur la performance de la déshydratation mécanique.

**Tableau IV.2 : Plan expérimental de conditionnement-déshydratation de la boue de Retinne - Valeurs calculées de la pente et du terme indépendant de la droite de Carman - Siccité du gâteau de filtration - RSF.**

N° Essai	$\Delta P$ (kPa)	Dose Floculant (g/kg MS)	Pente droite de Carman	Terme indépendant	MS gâteau	RSF (m/kg)
1	100	3.01	$14 \cdot 10^9 \pm 0.3 \cdot 10^9$	$8 \cdot 10^5 \pm 0.3 \cdot 10^5$	14.32±0.42%	$6.79 \cdot 10^{11} \pm 0.27 \cdot 10^{11}$
2	100	5.91	$8 \cdot 10^9 \pm 0.3 \cdot 10^9$	$1 \cdot 10^5 \pm 0.4 \cdot 10^5$	15.19±1.51%	$4.91 \cdot 10^{11} \pm 0.60 \cdot 10^{11}$
3	100	8.68	$7 \cdot 10^9 \pm 0.06 \cdot 10^9$	$2 \cdot 10^5 \pm 0.09 \cdot 10^5$	14.34±0.29%	$3.43 \cdot 10^{11} \pm 0.03 \cdot 10^{11}$
4	300	2.96	$11 \cdot 10^9 \pm 0.4 \cdot 10^9$	$10 \cdot 10^5 \pm 0.3 \cdot 10^5$	12.95±0.99%	$14.0 \cdot 10^{11} \pm 1.4 \cdot 10^{11}$
5	300	5.81	$8 \cdot 10^9 \pm 0.1 \cdot 10^9$	$4 \cdot 10^5 \pm 0.2 \cdot 10^5$	15.40±0.25%	$13.8 \cdot 10^{11} \pm 0.36 \cdot 10^{11}$
5'	300	6.00	$8 \cdot 10^9 \pm 0.3 \cdot 10^9$	$4 \cdot 10^5 \pm 0.4 \cdot 10^5$	15.43±0.95%	$13.6 \cdot 10^{11} \pm 1.1 \cdot 10^{11}$
5''	300	5.97	$6 \cdot 10^9 \pm 0.3 \cdot 10^9$	$2 \cdot 10^5 \pm 0.5 \cdot 10^5$	15.33±0.73%	$11.2 \cdot 10^{11} \pm 1.2 \cdot 10^{11}$
6	300	8.82	$6 \cdot 10^9 \pm 0.1 \cdot 10^9$	$4 \cdot 10^5 \pm 0.1 \cdot 10^5$	14.57±0.27%	$10.5 \cdot 10^{11} \pm 0.30 \cdot 10^{11}$
7	500	2.98	$9 \cdot 10^9 \pm 0.6 \cdot 10^9$	$9 \cdot 10^5 \pm 0.7 \cdot 10^5$	14.19±1.16%	$22.1 \cdot 10^{11} \pm 2.7 \cdot 10^{11}$
8	500	5.91	$6 \cdot 10^9 \pm 0.2 \cdot 10^9$	$1 \cdot 10^5 \pm 0.3 \cdot 10^5$	14.74±0.79%	$17.9 \cdot 10^{11} \pm 1.3 \cdot 10^{11}$
9	500	8.86	$6 \cdot 10^9 \pm 0.1 \cdot 10^9$	$3 \cdot 10^5 \pm 0.2 \cdot 10^5$	14.27±0.74%	$1.73 \cdot 10^{12} \pm 1.1 \cdot 10^{11}$

Comme expliqué au paragraphe 2.4 du chapitre III, le temps de filtration est fixé à 1 heure. Les essais numérotés de 1 à 9 ont été effectués de manière aléatoire. Les essais 5, 5' et 5'' sont des replicates au point central du plan expérimental. Les pentes de la droite de Carman ont été déterminées selon la méthode décrite au chapitre III. Des limites de confiance à 95% sont associées à chaque estimation de variable. La siccité du

gâteau est obtenue par une moyenne de quatre mesures : siccité effectuée directement sur le gâteau et siccité de trois échantillons soumis au séchage dans le microsècheur. Les résistances spécifiques à la filtration (RSF) se situent dans la dernière colonne.

Le terme indépendant dans l'équation de la droite de Carman est toujours inférieur à la pente de 4 à 5 ordres de grandeur, indiquant que la résistance du support et du filtre est négligeable. La siccité obtenue en fin de filtration (de 13 à 15.5%) est relativement faible par rapport aux performances habituelles de la filtration (Chap. I, § 2.2.2.2.3.). Cependant, ces teneurs sont proches de celles obtenues sur le site de prélèvement (de 15 à 17%). Les valeurs de la résistance spécifique à la filtration se situent dans la gamme normalement rencontrée pour des boues mixtes ou secondaires conditionnées avec un polyélectrolyte cationique (Lee et al., 2001).

### 1.1.1. Reproductibilité au point central

La Figure IV.1 représente les trois courbes de filtration obtenues au point central, c'est-à-dire l'évolution du volume de filtrat en fonction du temps. Le volume d'égouttage qui s'écoule avant la mise en place du piston est bien visible sur la figure. En effet, dès que la suspension floculée est introduite dans la cellule de filtration, une première partie du filtrat s'écoule par gravité. Ensuite, lorsque la pression est appliquée le volume de filtrat augmente puis un plateau apparaît.

On peut remarquer que la reproductibilité de l'opération semble satisfaisante. Les volumes de filtrat récoltés après une heure de filtration sont comparables : 370.5, 372.7 et 366.3 ml. De manière équivalente, la siccité atteinte pour chacun des gâteaux est similaire (cf. Tableau IV.2).

Par contre, lorsqu'on observe les courbes  $t/V$  en fonction de  $V$  qui ont été tracées pour le calcul de la résistance spécifique à la filtration, on constate des différences entre les essais (Figure IV.2). Le décalage observé à l'asymptote est lié à la soustraction du volume d'égouttage du volume total. En effet, selon le temps utilisé pour mettre le piston en place, le volume d'égouttage peut varier quelque peu. Au niveau de la zone linéaire, on peut constater que les essais 5 et 5' se recouvrent pratiquement alors qu'une nette différence apparaît pour l'essai 5''. Cette observation est confirmée par le calcul des pentes qui figurent dans le Tableau IV.2. Cette différence pourrait être attribuée à un vieillissement de la boue car l'essai 5'' a été réalisé respectivement 9 et 3 jours après les essais 5 et 5''. En outre, pour obtenir ces graphiques, on effectue un changement de variable qui place le volume au dénominateur. Le passage à  $t/V$  attribue une grande importance aux premiers points expérimentaux qui sont peu précis car ils dépendent de la manière dont la suspension est mise en place dans la cellule et du temps nécessaire au placement du piston. On peut malgré tout considérer ces essais comme suffisamment reproductibles dans la mesure où l'objectif visé, la reproductibilité de la siccité du gâteau après filtration, est parfaitement atteint.

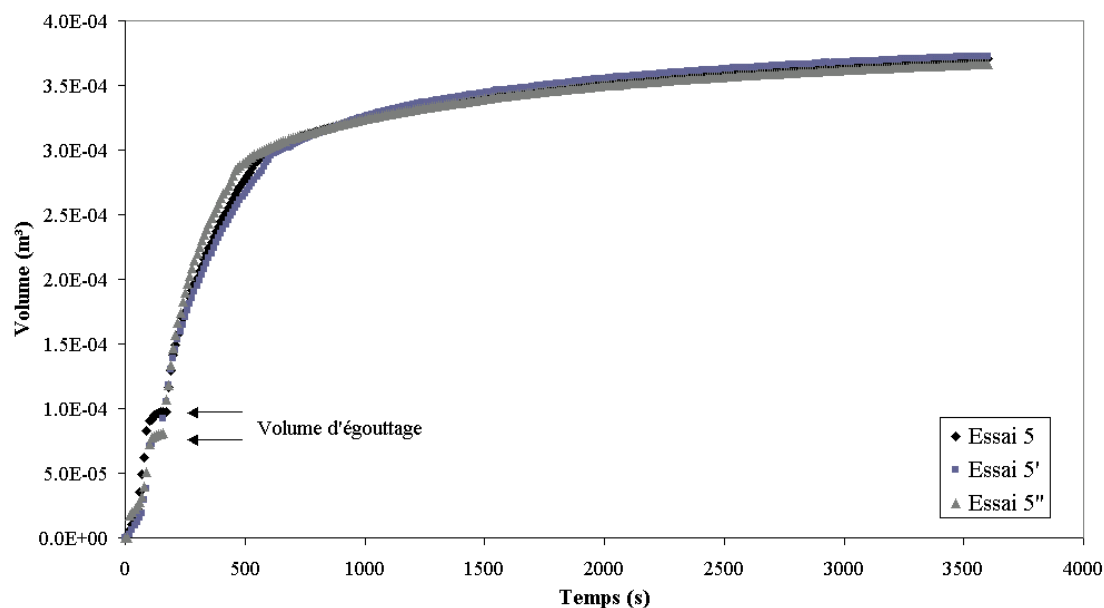
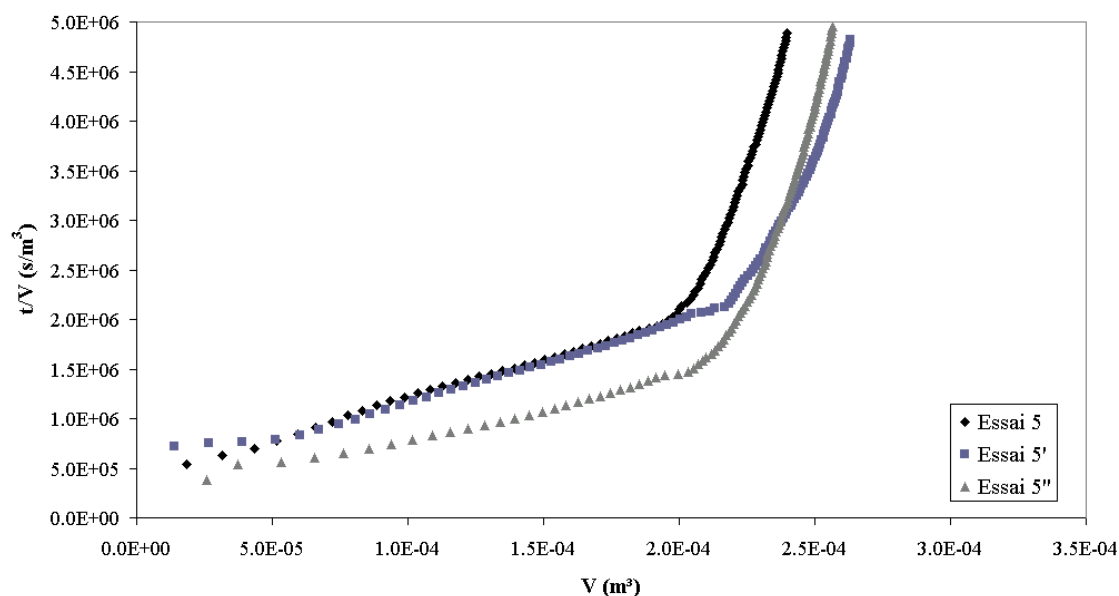


Figure IV.1 : Courbes de filtration au point central - Essais 5, 5' et 5'' - Retinne.

Figure IV.2 : Courbes  $t/V$  en fonction de  $V$  - Essais 5, 5' et 5'' - Retinne.

### 1.1.2. Influence du $\Delta P$ de filtration sur la siccité du gâteau

La Figure IV.3 représente la siccité du gâteau en fonction de la perte de charge appelée  $\Delta P$  de filtration. On constate que, tous essais confondus, les siccités se situent entre 13.0 % et 15.5%. Dans les conditions de ces essais, la pression de filtration n'a pas d'influence significative sur la siccité finale. Les siccités les plus élevées sont atteintes avec un ajout de 6 g de flocculant par kg de matières sèches, quelle que soit la perte de charge.

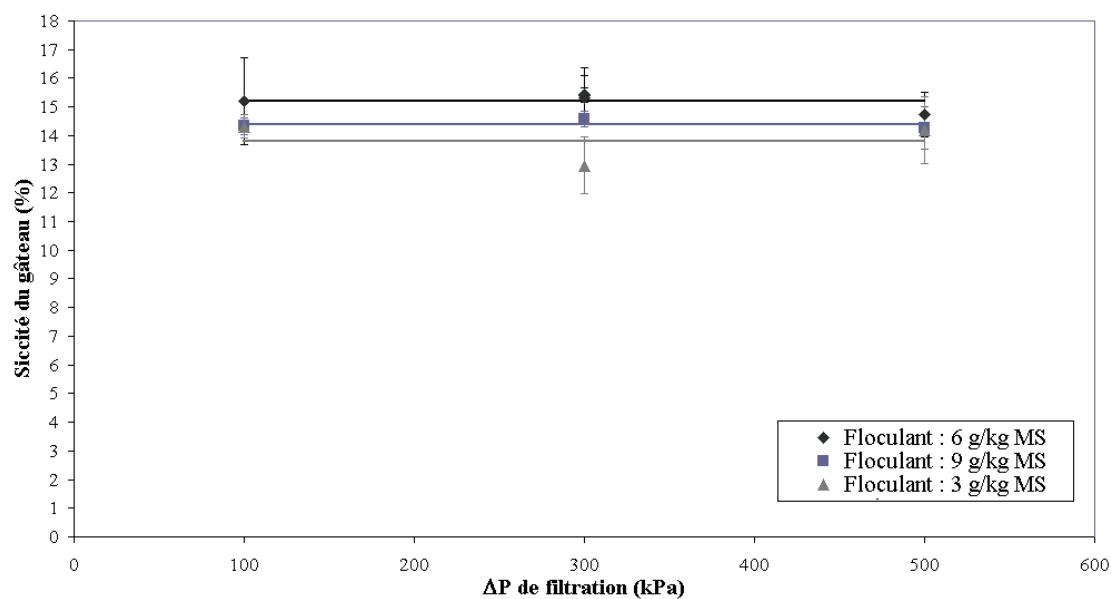


Figure IV.3 : Influence du  $\Delta P$  de filtration sur la siccité du gâteau - Retinne.

### 1.1.3. Influence de la dose de flocculant sur la siccité du gâteau

Dans la gamme de dosage de flocculant utilisée, les courbes correspondant aux trois pressions de filtration présentent un optimum pour un dosage de 6 g/kg MS (Figure IV.4). Ce maximum n'est cependant pas très marqué.

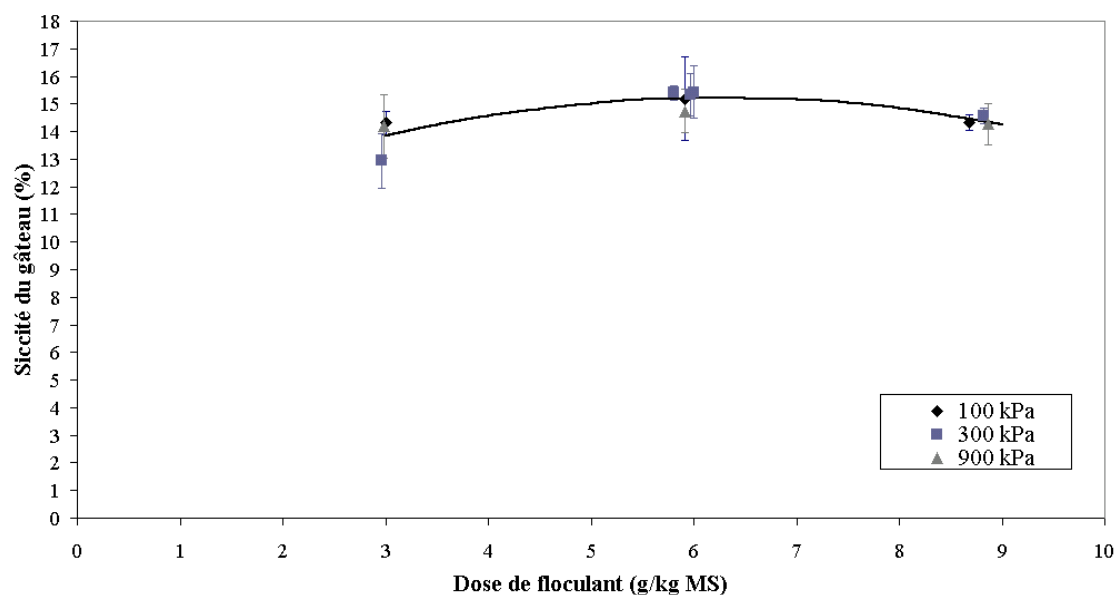


Figure IV.4 : Influence de la dose de flocculant sur la siccité du gâteau - Retinne.

### 1.1.4. Influence du $\Delta P$ de filtration sur la résistance spécifique à la filtration

Rappelons que la résistance spécifique à la filtration, RSF, permet de juger de la perméabilité et de la texture du gâteau et de leur évolution avec les conditions de déshydratation. La Figure IV.5 représente l'évolution de cette RSF avec le  $\Delta P$  de filtration pour les trois doses de flocculant étudiées. On peut remarquer que la RSF augmente avec la pression, quelle que soit la quantité de flocculant ajoutée. Cette évolution peut être caractérisée par une loi de puissance dont l'exposant est appelé 'coefficient de compressibilité' ( $s$ ) (cf. Éq. 18, chap. III). Les valeurs de ce coefficient figurent au Tableau IV.3. Les valeurs comprises entre 0.72 et 1.01 indiquent que la boue est 'compressible'. Le caractère compressible s'accroît avec la quantité de flocculant ajoutée. Ce type de résultat est classiquement observé avec des boues flocculées (Degrémont, 1989). En effet, la présence de flocculant rend la boue plus facilement déformable.

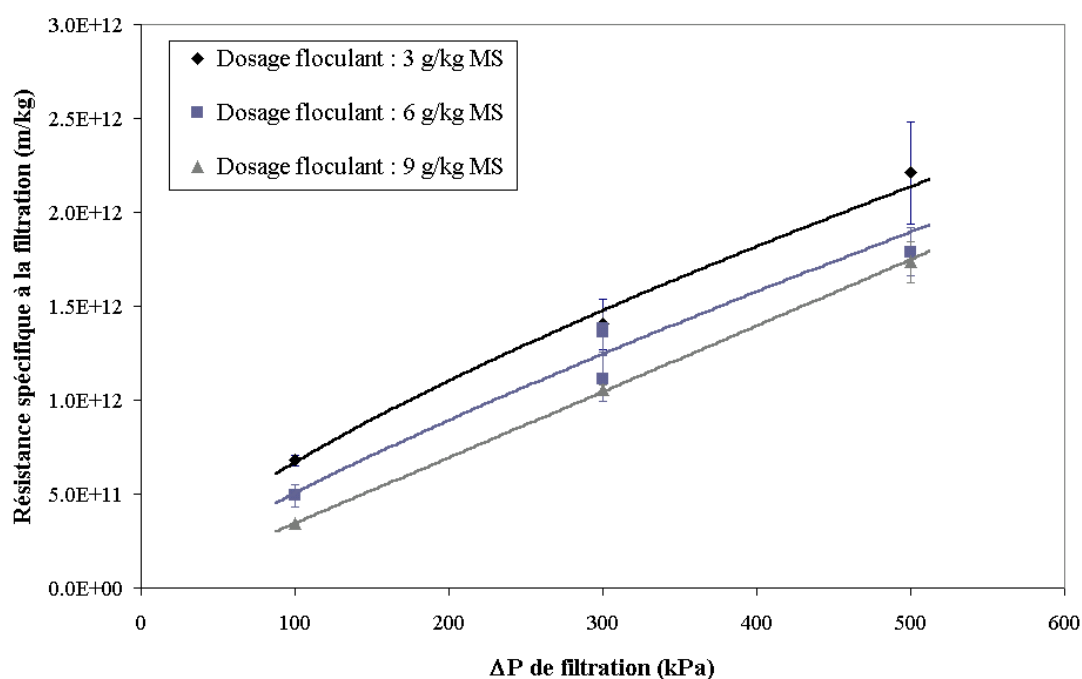


Figure IV.5 : Influence du  $\Delta P$  de filtration sur la RSF - Retinne.

Tableau IV.3 : Coefficient de compressibilité pour les trois dosages de polyélectrolyte

Dosage de flocculant (g/kg MS)	$s$ (-)
3	0.72
6	0.82
9	1.01

### 1.1.5. Influence du dosage de flocculant sur la RSF

La Figure IV.6 met en évidence l'influence du dosage de flocculant sur la RSF. Quel que soit le  $\Delta P$  de filtration, la RSF diminue avec l'ajout de polyélectrolyte. Cette constatation est conforme au but poursuivi par l'ajout de flocculant, qui est de faciliter la déshydratation de la boue en réduisant la RSF.

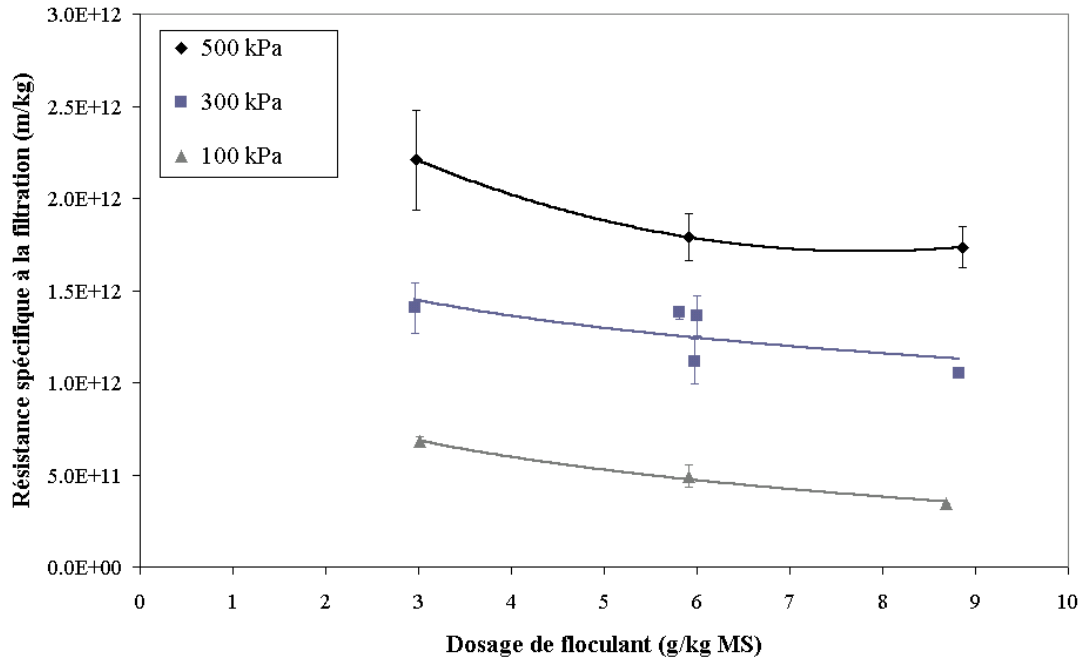


Figure IV.6 : Influence du dosage de flocculant sur la RSF - Retinne.

### 1.1.6. Conclusions

Pour un temps de filtration fixé à 1 heure, la siccité la plus élevée est obtenue au point central du plan expérimental ( $\Delta P = 300$  kPa et dose de flocculant = 6 g/kg MS) et vaut  $15.39 \pm 0.70\%$ . L'écart type (0.7%) est calculé à partir du carré moyen relatif à l'ensemble des tests de siccités pour les essais 5, 5' et 5'' (Éq. IV.1).

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^{t_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (t_i - n)} \quad (\text{IV.1})$$

$s^2$  = carré moyen

$n$  = nombre d'échantillons analysés

$t_i$  = nombre de tests réalisés sur l'échantillon 'i'

$x_{ij}$  = observation lors du test 'j' sur l'échantillon 'i'

$\bar{x}_i$  = moyenne des valeurs observées sur l'échantillon 'i'

## 1.2. Boue d'Embourg

Le Tableau IV.4 reprend le plan expérimental réalisé lors de la filtration de la boue d'Embourg. Il n'a pas été possible de caractériser les droites de Carman dans tous les cas. En effet, lorsque la filtration est trop rapide, la balance n'arrive pas à se stabiliser. Par conséquent, le nombre de points est insuffisant et/ou la fréquence d'acquisition n'est pas respectée ce qui rend impossible la détermination d'une pente ayant une signification. La Figure IV.7 illustre ces deux situations. Pour la première filtration (Essai 9 : 500 kPa et 8.95 g/kg MS) le premier point d'acquisition après la mise en place du piston se situe seulement à 280 ml. Pour la seconde filtration (Essai 2 : 100 kPa et 6.00 g/kg MS) on remarque certains points rapprochés par paires puis éloignés. Les points rapprochés correspondent à un moment de stabilisation de la balance après un enregistrement manqué. En effet, dès que la stabilisation est atteinte, la masse est enregistrée une première fois pour le point manquant et une seconde fois pour le temps présent.

Dans ces conditions il est difficile d'évaluer avec précision l'influence du  $\Delta P$  de filtration et du dosage de flocculant sur la résistance spécifique à la filtration. C'est pourquoi l'analyse qui a été faite dans le cas de Retinne ne pourra pas être présentée ici. Cependant, si on compare les valeurs obtenues pour Embourg et celles obtenues précédemment, on peut remarquer que la RSF est toujours inférieure pour Embourg, ce qui est confirmé par l'obtention de gâteaux plus secs en moyenne. La siccité des gâteaux varie de 14 à 21% : la gamme obtenue est donc plus large que pour Retinne. La siccité la plus élevée est également obtenue au point central et se situe entre 20 et 21%.

**Tableau IV.4 : Plan expérimental de conditionnement-déshydratation de la boue d'Embourg - Valeurs calculées de la pente et du terme indépendant de la droite de Carman - Siccité du gâteau de filtration ; RSF.**

N° Essai	$\Delta P$ (kPa)	Dose Flocculant (g/kg MS)	Pente droite de Carman	Terme indépendant	MS gâteau	RSF m/kg
1	100	3.10	$0.81 \cdot 10^9 \pm 0.32 \cdot 10^9$	$3.69 \cdot 10^5 \pm 5.6 \cdot 10^4$	$16.76 \pm 0.77\%$	$6.21 \cdot 10^{10} \pm 2.8 \cdot 10^{10}$
2	100	6.00	$1.54 \cdot 10^9 \pm 3.0 \cdot 10^9$	$1.13 \cdot 10^5 \pm 3.9 \cdot 10^5$	$18.02 \pm 0.32\%$	$9.70 \cdot 10^{10} \pm 2.2 \cdot 10^{11}$
3	100	9.13	-(a)	-(a)	$20.58 \pm 0.67\%$	-(a)
4	300	3.01	-(a)	-(a)	$14.34 \pm 0.49\%$	-(a)
5	300	5.87	$5.00 \cdot 10^9 \pm 1.8 \cdot 10^9$	$4.71 \cdot 10^5 \pm 8.7 \cdot 10^4$	$19.63 \pm 0.90\%$	$1.09 \cdot 10^{12} \pm 4.4 \cdot 10^{10}$
5'	300	5.98	$2.21 \cdot 10^9 \pm 0.09 \cdot 10^9$	$2.64 \cdot 10^4 \pm 2.1 \cdot 10^4$	$20.62 \pm 0.37\%$	$5.02 \cdot 10^{11} \pm 2.7 \cdot 10^{10}$
6	300	8.86	-(a)	-(a)	$20.26 \pm 0.83\%$	-(a)
7	500	3.02	$6.14 \cdot 10^9 \pm 0.68 \cdot 10^9$	$8.99 \cdot 10^4 \pm 5.4 \cdot 10^4$	$15.61 \pm 0.19\%$	$2.10 \cdot 10^{12} \pm 2.7 \cdot 10^{11}$
8	500	5.90	-(a)	-(a)	$18.80 \pm 0.26\%$	-(a)
9	500	8.95	-(a)	-(a)	$19.34 \pm 0.70\%$	-(a)

(a) : Impossible à déterminer

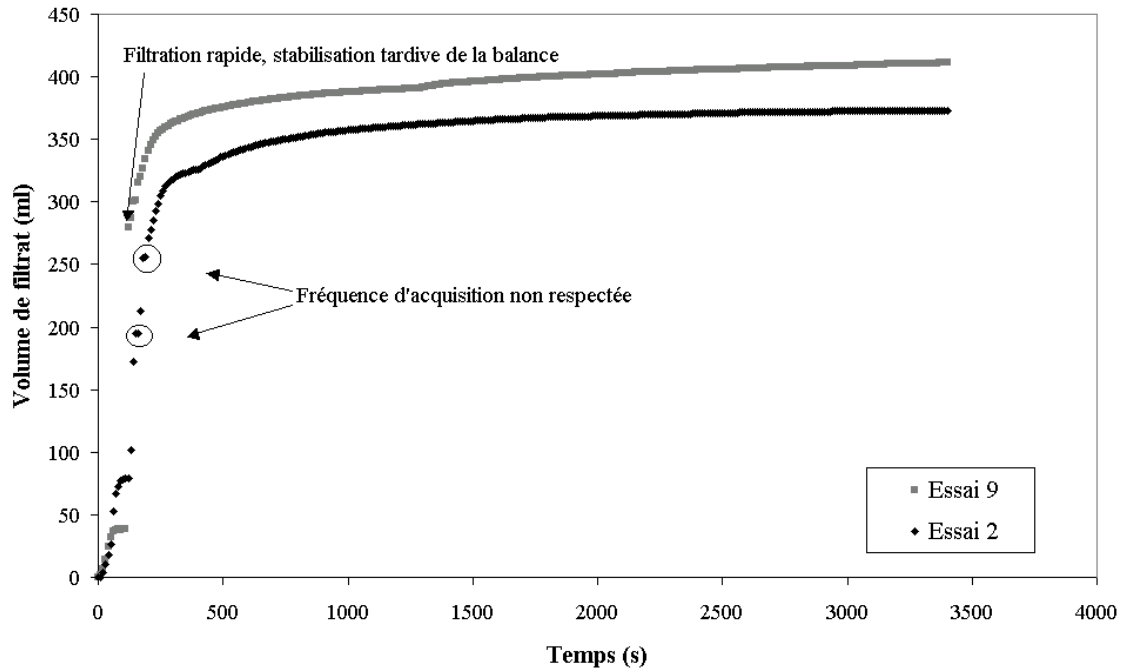


Figure IV.7 : Exemple de deux filtrations rapides pour lesquelles soit la balance se stabilise tardivement (Essai 9), soit la fréquence d'acquisition n'est pas respectée (Essai 2) - Embourg.

### 1.2.1. Reproductibilité au point central

Deux essais ont été réalisés au point central (Essais 5 et 5'). Au niveau des courbes de filtration (Figure IV.8), la reproductibilité n'est pas excellente, cependant la siccité finale des gâteaux n'est pas significativement différente ( $19.63 \pm 0.90\%$  et  $20.62 \pm 0.37\%$ ). La différence entre les courbes de filtration se réduit après un temps de filtration d'environ 2000 s. La durée totale de filtration (1 heure) permet en quelque sorte de gommer les écarts de comportement qui peuvent se produire avant la zone de compression. Un autre essai au point central a été réalisé avec de la boue prélevée 2 jours après le prélèvement initial. La courbe de filtration de ce dernier essai se superpose pratiquement à celle de l'essai 5. Il semble donc qu'un événement aléatoire ait perturbé l'essai 5'.



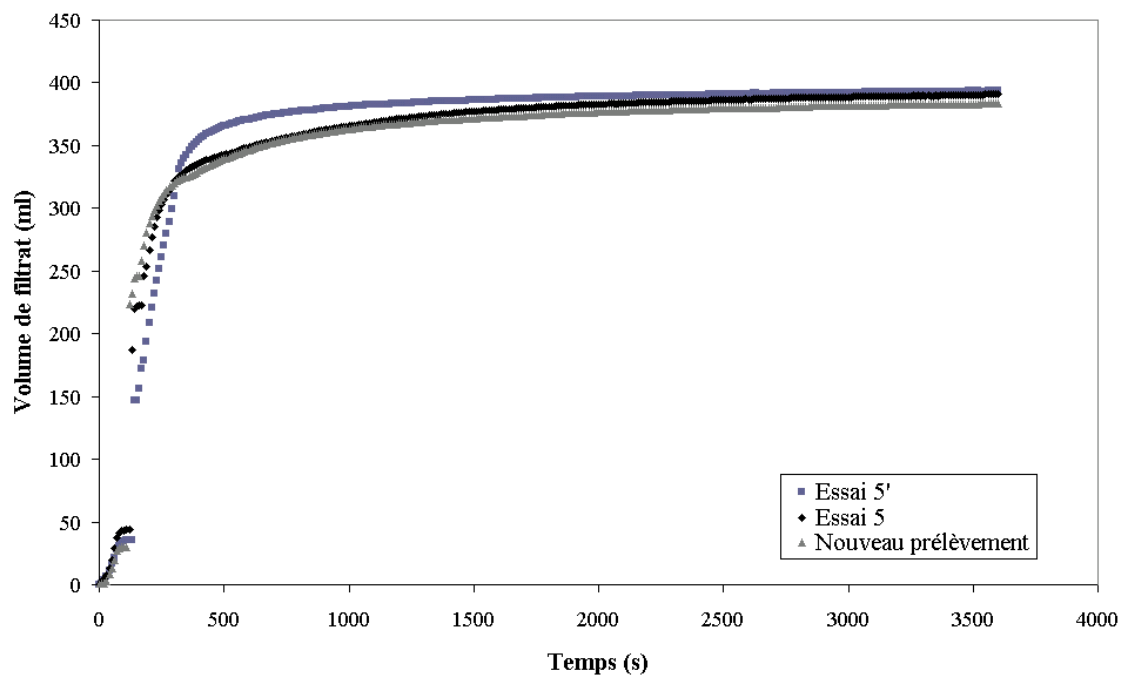


Figure IV.8 : Courbes de filtration au point central - Essais 5, 6 et nouveau prélèvement de boue - Embourg.

### 1.2.2. Influence du $\Delta P$ de filtration sur la siccité du gâteau

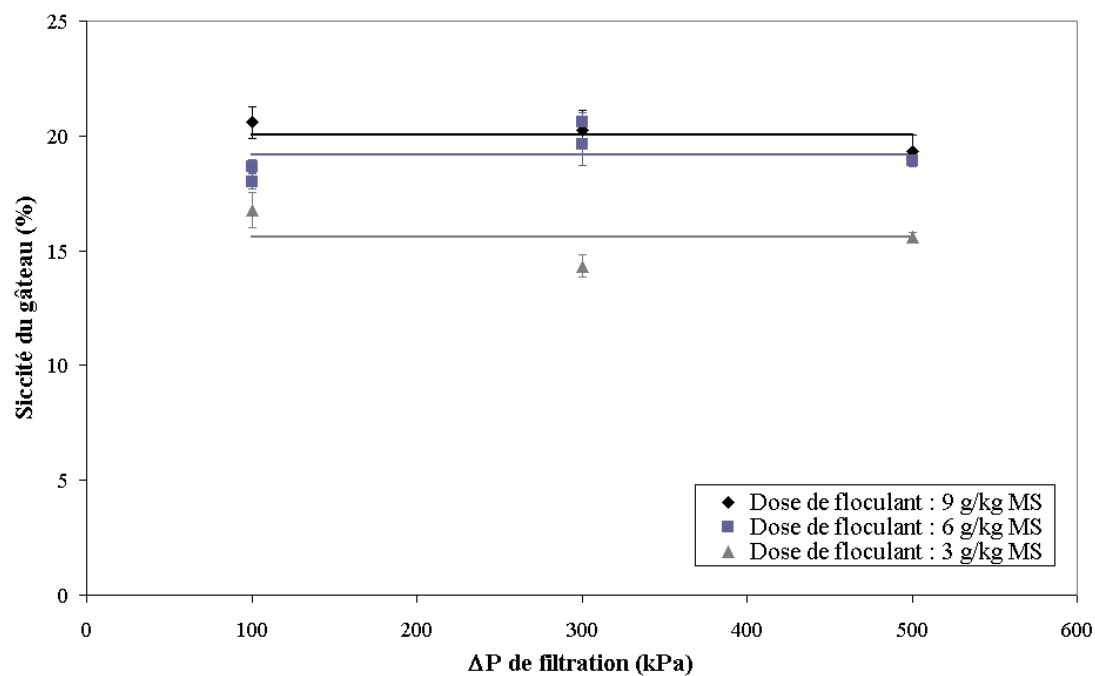


Figure IV.9 : Influence du  $\Delta P$  de filtration sur la siccité du gâteau – Embourg.

Comme pour Retinne, il semble que le  $\Delta P$  de filtration n'ait pas de réelle influence sur la siccité du gâteau (Figure IV.9). La position relative des courbes indique que les siccités les plus faibles, et comparables à celles obtenues pour Retinne, sont obtenues avec la quantité de floculant la plus basse étudiée dans ce travail, soit 3 g/kg MS. Pour les deux autres dosages, on atteint des siccités plus élevées, entre 18 et 21%.

### 1.2.3. Influence de la dose de floculant sur la siccité du gâteau

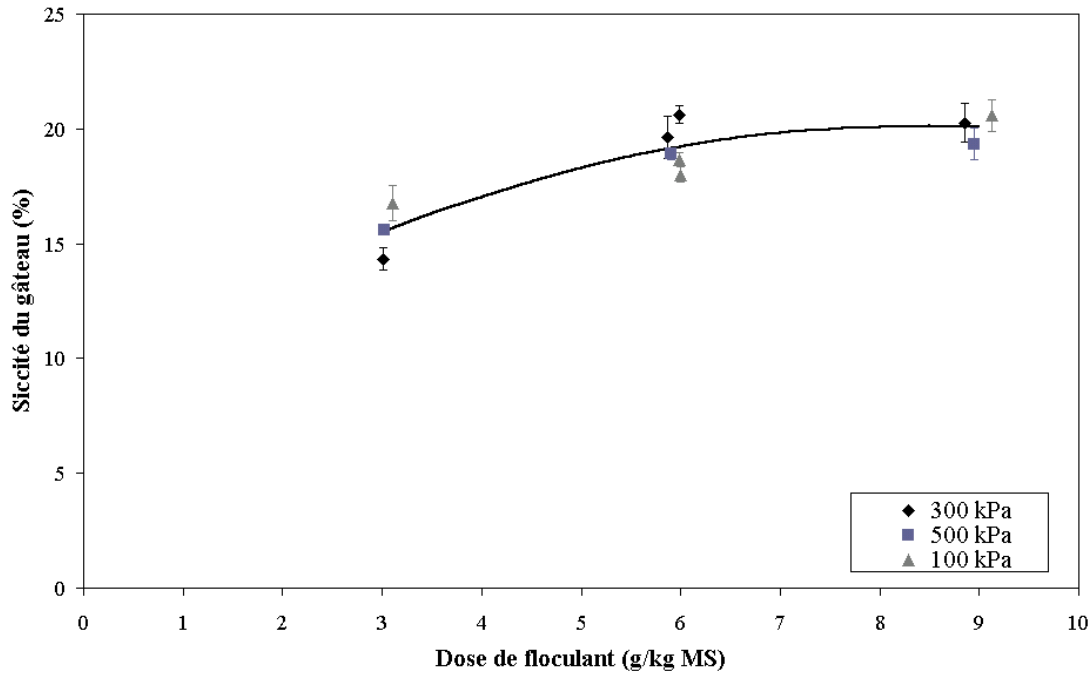


Figure IV.10 : Influence de la dose de floculant sur la siccité du gâteau – Embourg.

La Figure IV.10 indique que la siccité du gâteau augmente tout d'abord avec la dose de floculant puis semble plafonner entre 6 et 9 g/kg MS. L'optimum se situe sans doute un peu au-delà de 6 g/kg MS mais le gain de siccité n'est pas important entre cette valeur et l'optimum. Ce type de comportement a déjà été observé pour d'autres boues (Rehmat et al., 1997).

### 1.2.4. Conclusions

Au vu des résultats, on peut considérer que la siccité maximale du gâteau de boue d'Embourg sera obtenue sous un  $\Delta P$  de 300 kPa et avec le floculant ajouté à raison de 6 g/kg MS. La siccité moyenne obtenue vaut  $20.02 \pm 0.75\%$ .

### 1.3. Synthèse des résultats

Pour les deux boues, le flocculant utilisé permet d'obtenir une siccité maximale lors de l'ajout de flocculant à raison de 6 g/kg MS et sous un  $\Delta P$  de filtration de 300 kPa. La siccité du gâteau est supérieure dans le cas d'Embourg ( $20.02 \pm 0.75\%$  contre  $15.39 \pm 0.70\%$ ). Le calcul de la RSF, lorsqu'il est possible, montre que pour une procédure de conditionnement-déshydratation identique la boue d'Embourg offre une résistance plus faible à la filtration, signifiant que la perméabilité du gâteau est plus grande pour Embourg que pour Retinne. Il semble donc que le flocculant utilisé soit mieux adapté à la boue d'Embourg qu'à celle de Retinne. Cette différence de comportement est peut être la conséquence d'une teneur en matières organiques plus élevée pour Embourg (cf. Tableau IV.1), assurant une meilleure floculation de la boue par un nombre supérieur de liaisons entre les polymères et les particules constitutives de la boue.

Le couple de conditions opératoires  $\Delta P = 300$  kPa et dosage de flocculant = 6 g/kg MS sera retenu pour la suite de l'étude consacrée à l'influence des conditions opératoires sur le séchage.

## 2. Rhéologie des gâteaux de filtration

Les propriétés rhéologiques des gâteaux de filtration ont été déterminées conformément au paragraphe 1.6. du Chapitre III. Cette mesure permet de caractériser la texture d'un matériau pâteux présentant un comportement viscoélastique, c'est-à-dire intermédiaire entre l'état solide et l'état liquide.

### 2.1. Boue de Retinne

La Figure IV.11 montre l'évolution des modules élastique et visqueux en fonction de la fréquence d'oscillation pour le gâteau de l'essai 5. Les courbes obtenues sur les autres gâteaux ont la même allure. Les deux modules sont pratiquement constant jusqu'à une fréquence de 20 Hz, ensuite le module élastique augmente plus fortement alors que le module visqueux chute. Cette transition indique une déstructuration du matériau. On constate également que la composante élastique domine sur toute la gamme de fréquence. En outre, les deux courbes présentent une faible hystérésis.

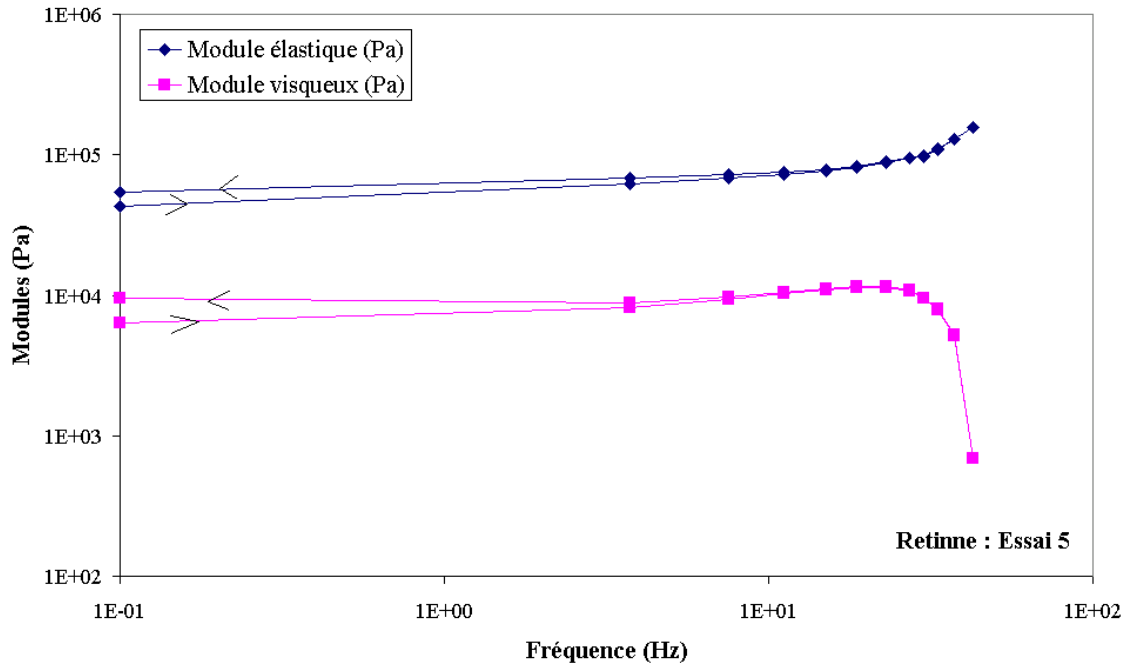


Figure IV.11 : Évolution des modules élastique et visqueux en fonction de la fréquence d'oscillation - Essai 5 - Retinne.

Les Figures IV.12 et IV.13 représentent respectivement l'évolution des modules élastiques et visqueux en fonction de la fréquence pour les différents essais.

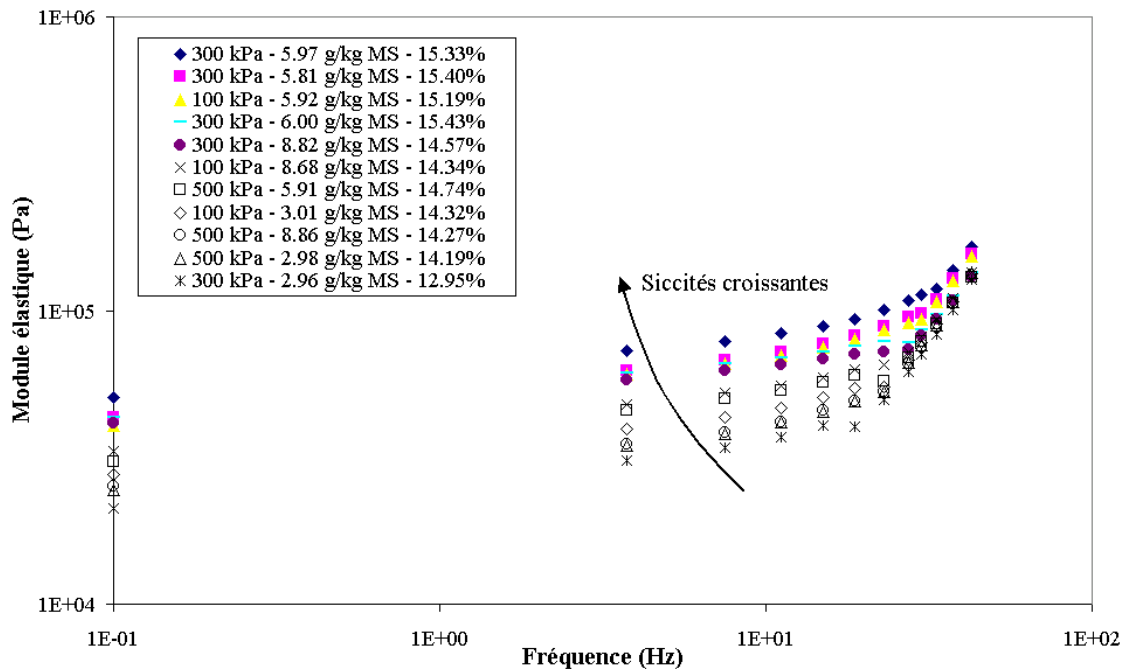


Figure IV.12 : Évolution du module élastique avec la fréquence pour les 11 gâteaux de filtration de la boue de Retinne.

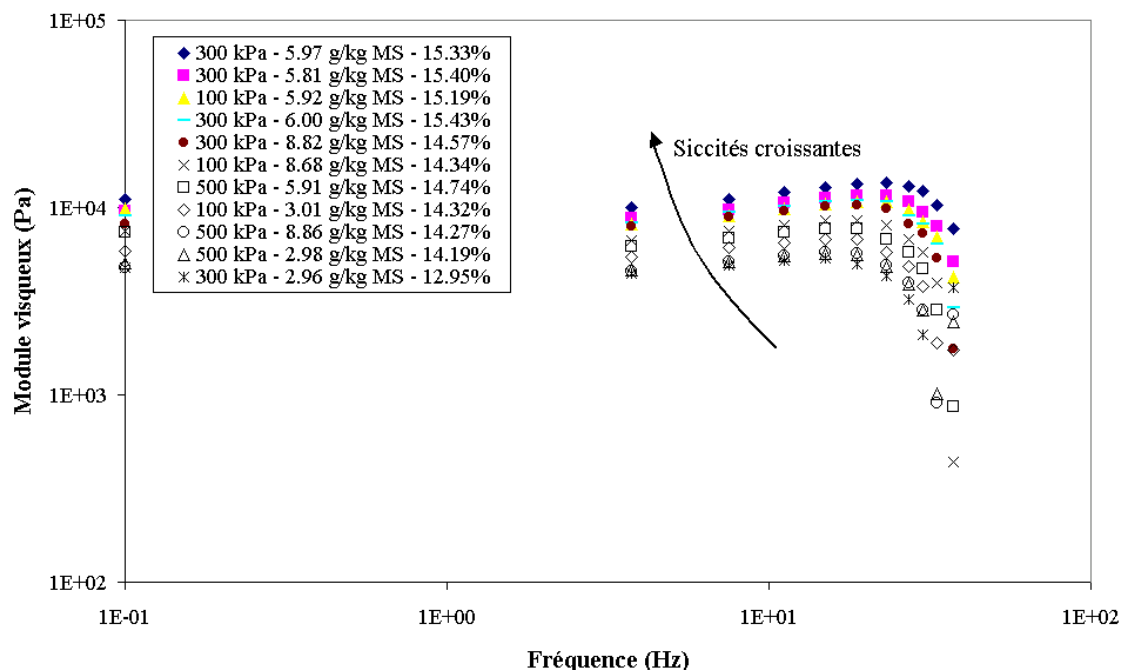


Figure IV.13 : Évolution des modules visqueux avec la fréquence pour les 11 gâteaux de filtration de la boue de Retinne.

A deux exceptions près (□ 500 kPa et 5.91 g/kg MS et ■ 300 kPa et 5.81 g/kg MS) on observe un classement en fonction de la teneur en matières sèches : les modules élastiques et visqueux augmentent lorsque la siccité augmente. Physiquement, la consistance se rapproche de celle d'un solide lorsque la teneur en eau diminue. Pour des siccités similaires, aucune influence du ΔP de filtration ou de la quantité de floculant ajoutée n'a été détectée.

Après observation des 11 courbes obtenues, il semble donc que la variable déterminant la rhéologie d'une boue de même composition (matières minérales et organiques) soit la teneur en humidité du gâteau. L'influence de l'humidité peut être illustrée en étudiant l'évolution des modules à une fréquence particulière. La valeur de 3.75 Hz est retenue car, à cette fréquence, le comportement rhéologique est indépendant de la fréquence. La Figure IV.14 montre que l'évolution des modules avec la siccité peut être représentée par une loi de puissance. Ce type de relation a été déterminé théoriquement et observée expérimentalement pour des suspensions floculées (Mevis et al., 1994). L'exposant de la loi de puissance est très proche pour les deux modules (4.92 et 4.76). Les exposants mentionnés dans la littérature (2.4 à 4.4) sont toutefois légèrement inférieurs à ceux obtenus.

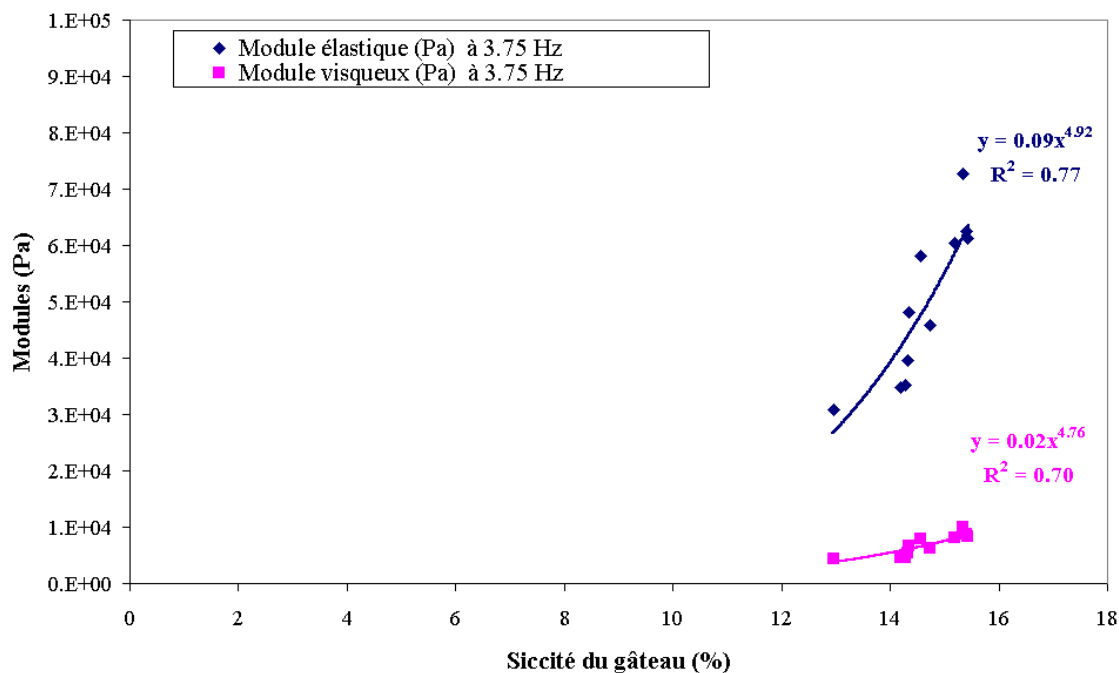


Figure IV.14 : Relation entre les modules élastique et visqueux (à 3.75 Hz) et la siccité du gâteau (Retinne).

## 2.2. Boue d'Embourg

La Figure IV.15 représente l'évolution des modules élastique et visqueux avec la fréquence pour le gâteau obtenu lors de l'essai de filtration au point central (Essai 5). On constate que l'allure est la même que pour la boue de Retinne.

Les Figures IV.16 et IV.17 montrent le même type de dépendance des modules vis-à-vis de la siccité des gâteaux que celle observée pour la boue de Retinne. A deux exceptions près, les positions relatives des courbes suivent une même logique : le niveau de la courbe augmente avec la siccité. La courbe correspondant à l'essai 9 (♦ : 500 kPa – 8.95 g/kg) est située trop haut, alors que la courbe correspondant à l'essai 5' (▲ : 300 kPa – 5.98 g/kg) est située trop bas. Les données correspondant au gâteau de l'essai 2 manquent suite à un problème lors de la mesure.

La Figure IV.18 montre qu'une relation en loi de puissance peut également être établie entre chacun des modules et la siccité du gâteau avec la boue d'Embourg. L'exposant de la loi de puissance est légèrement plus faible (4.02 et 4.27) que pour Retinne.

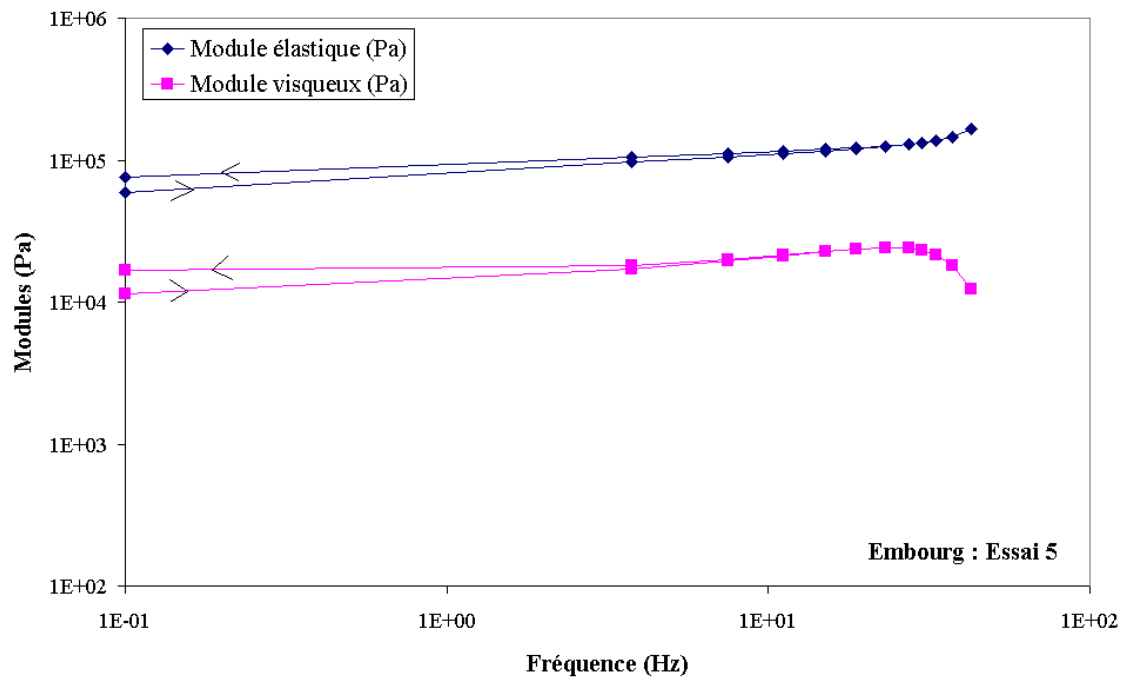


Figure IV.15 : Évolution des modules élastique et visqueux en fonction de la fréquence d'oscillation - Essai 5 - Embourg.

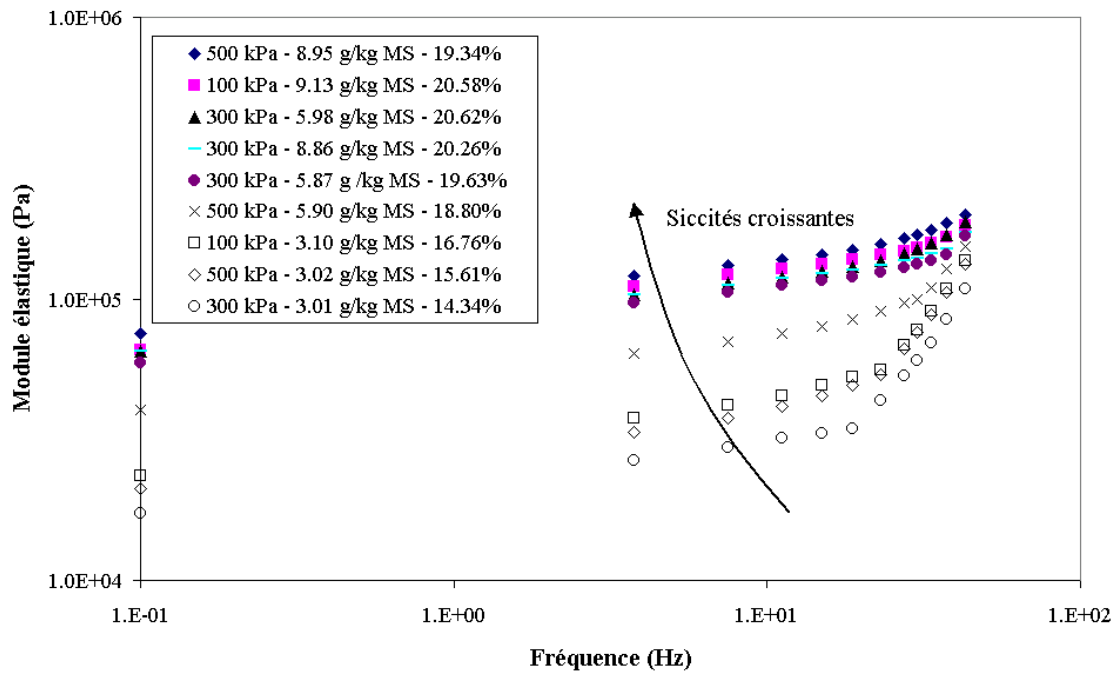


Figure IV.16 : Évolution du module élastique avec la fréquence pour 9 des 10 gâteaux de filtration de la boue d'Embourg.

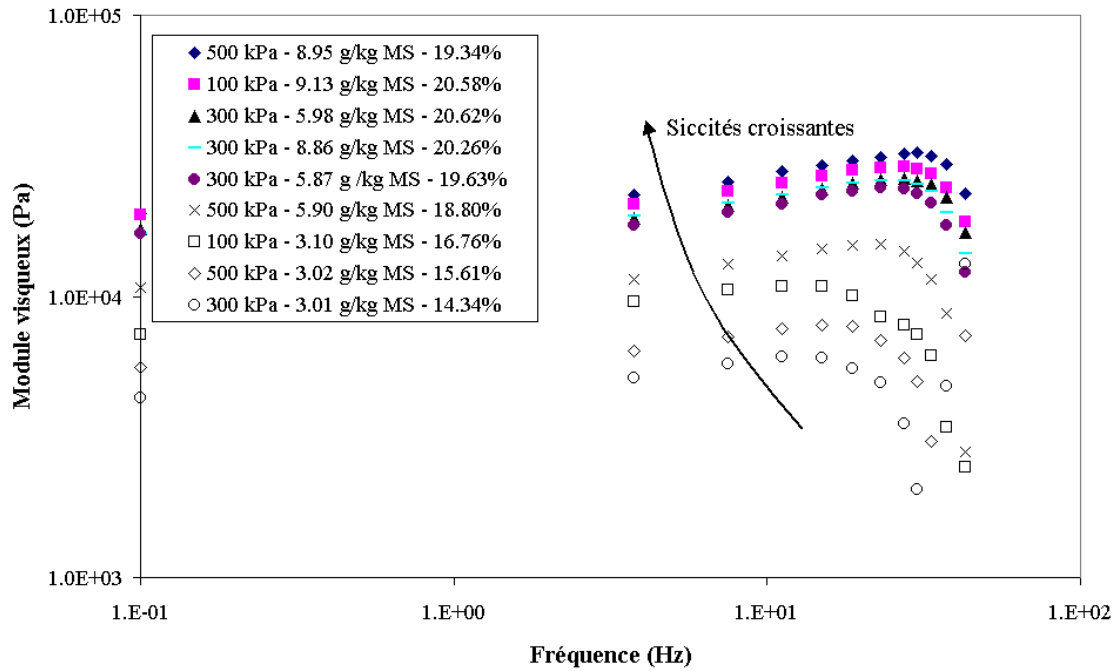


Figure IV.17 : Évolution du module visqueux avec la fréquence pour 9 des 10 gâteaux de filtration de la boue d’Embourg.

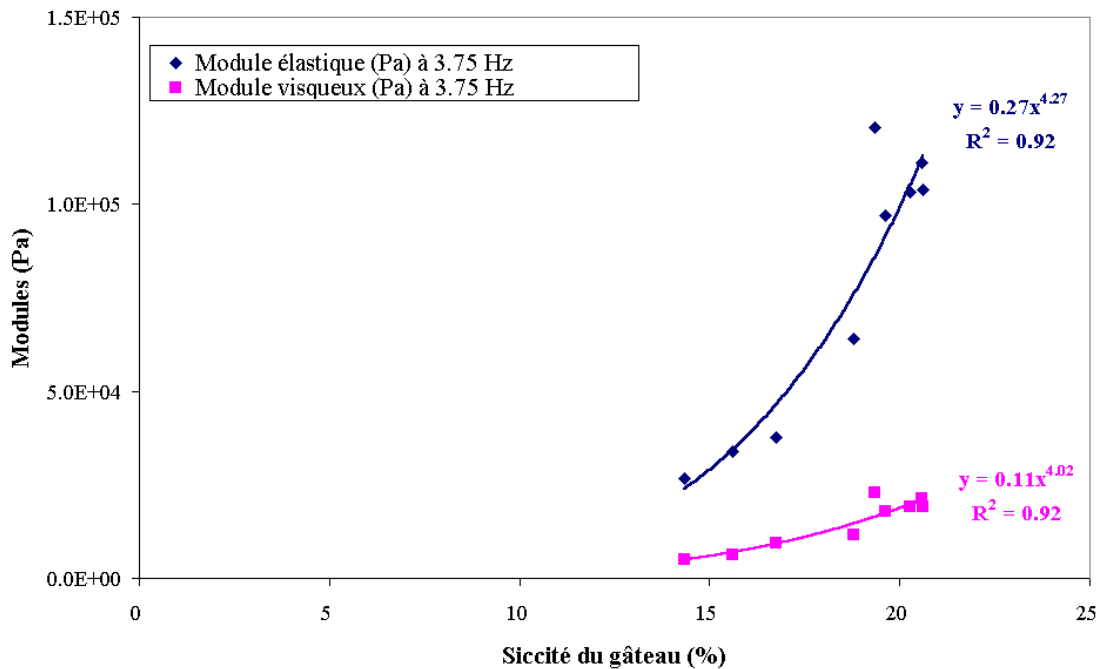


Figure IV.18 : Relation entre les modules élastique et visqueux (à 3.75 Hz) et la siccité du gâteau (Embourg).

La Figure IV.19 compare l'évolution des modules élastique et visqueux avec la siccité des gâteaux pour les deux boues différentes. On observe que pour une même siccité les modules élastiques sont plus faibles pour Embourg que pour Retinne. Par contre, les modules visqueux sont très proches. Les valeurs élevées de modules



élastiques mesurées sur les gâteaux de boue de Retinne peuvent être liées à la composition de la boue qui contient une fraction organique plus faible et qui a subi un chaulage. En effet, la boue d'Embourg est telle que les RSF sont plus faibles que pour Retinne. Autrement dit, la perméabilité du gâteau est plus grande et on peut penser que la structure est moins compressée et donc moins rigide que pour les gâteaux obtenus avec la boue de Retinne. Ceci se traduit par un module élastique plus faible.

Les tests de rhéologie montrent qu'il n'existe aucune influence des conditions opératoires de conditionnement et de déshydratation sur la texture du gâteau. De plus, ces essais mettent en évidence l'importance de la teneur en eau (ou de la siccité) de la boue : il existe une relation en loi de puissance entre les modules élastiques et visqueux et la teneur en matières sèches du gâteau.

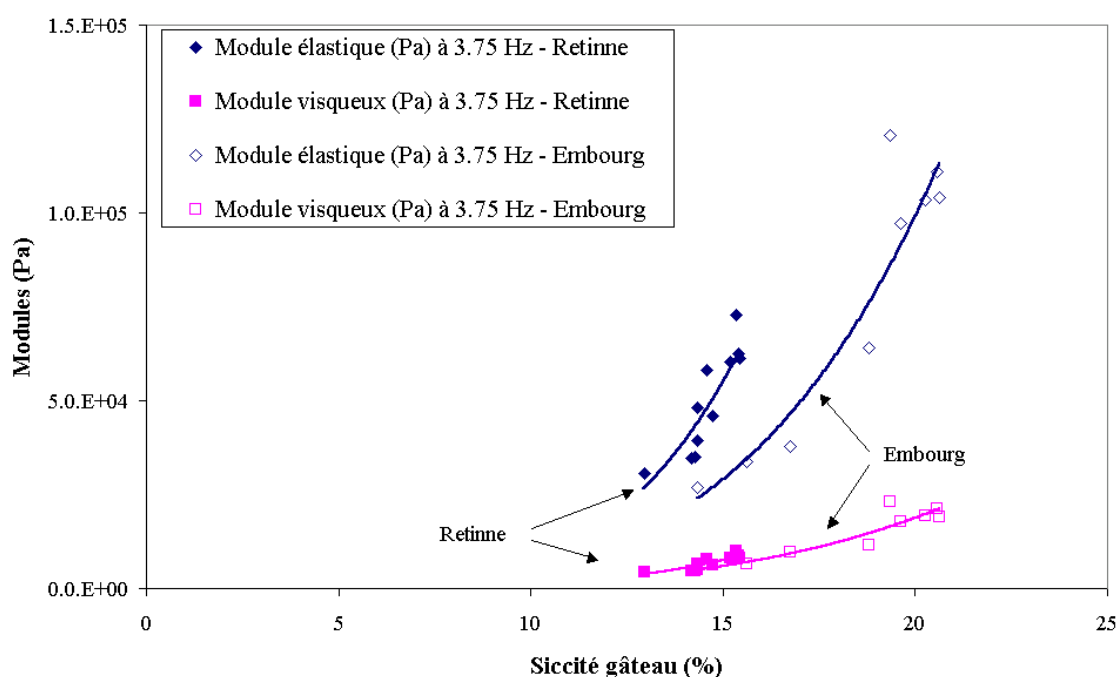


Figure IV.19 : Comparaison entre les évolutions des modules élastiques et visqueux avec la siccité pour les boues de Retinne et d'Embourg.

### 3. Isothermes de sorption

La mesure des isothermes de désorption à la vapeur d'eau permet également de caractériser la texture du matériau. En effet, la teneur en eau liée du matériau dépend en partie des propriétés de surface de celui-ci.

#### 3.1. Boue de Retinne

La Figure IV.20 montre les isothermes de désorption à 25°C obtenues pour trois gâteaux de boue de Retinne. L'échantillon nommé 'autre' ne fait pas partie des onze essais constitutifs du plan expérimental mais a été obtenu à partir de la même boue

suivant la même méthodologie. On constate que les trois courbes sont pratiquement identiques et possèdent une forme de type II dans la classification BDDT (Brunauer et al., 1940). Bongiovanni (1998) a observé le même type d'isothermes sur des boues résiduaires urbaines. Le taux d'eau liée est relativement faible entre 0 et 80% HR (0.25 kg/kg) puis augmente brusquement.

La Figure IV.21 représente deux isothermes de désorption obtenues pour un gâteau issu de la filtration (300 kPa et 6.01 g/kg MS) de boue prélevée 6 mois après les premiers essais de conditionnement-déshydratation. Cette figure montre d'une part que la mesure est reproductible et d'autre part que la boue n'a pas trop évolué entre les prélèvements car les courbes sont très proches de celles de la Figure IV.20.

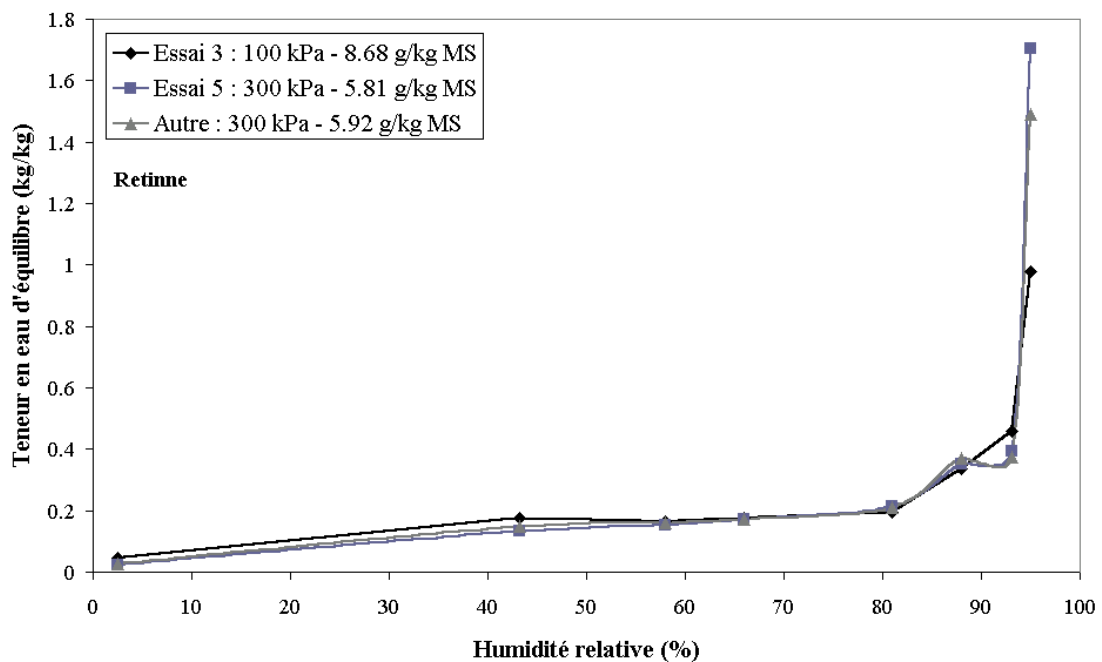


Figure IV.20 : Isothermes de désorption à 25°C pour trois échantillons de boue de Retinne - Essai 3, 5 et autre essai au point central.

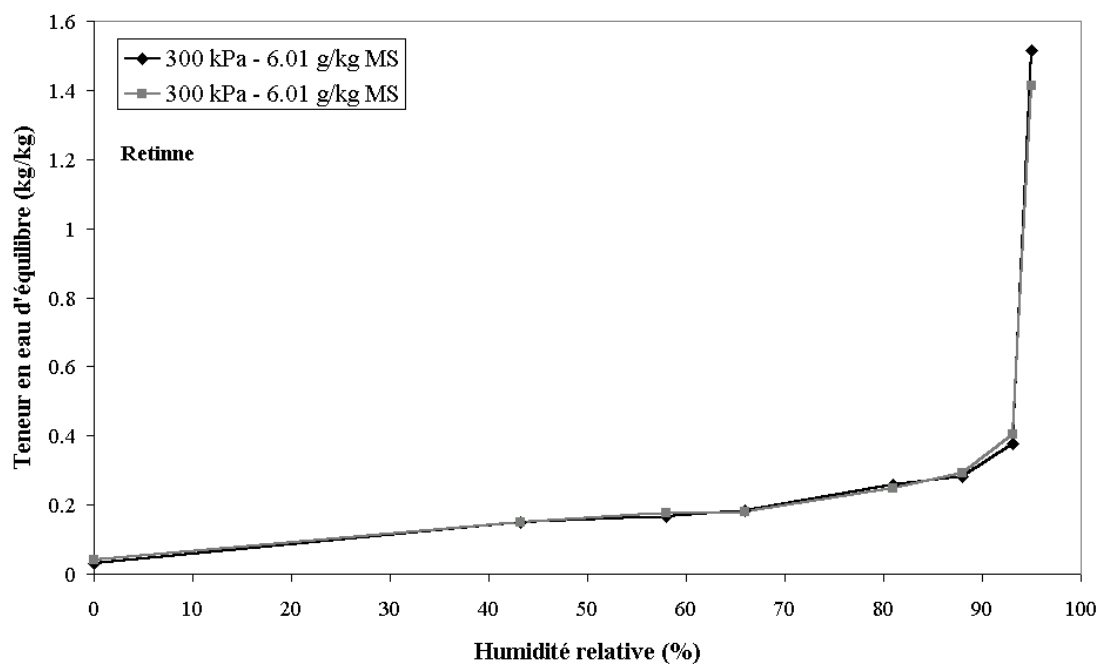


Figure IV.21 : Isothermes de désorption pour deux échantillons issus d'un même gâteau de filtration ; la boue ayant été prélevée à Retinne 6 mois après les premiers essais.

### 3.2. Boue d'Embourg

La Figure IV.22 montre les isothermes pour trois échantillons du plan de conditionnement d'Embourg (essais 1, 3, 5).

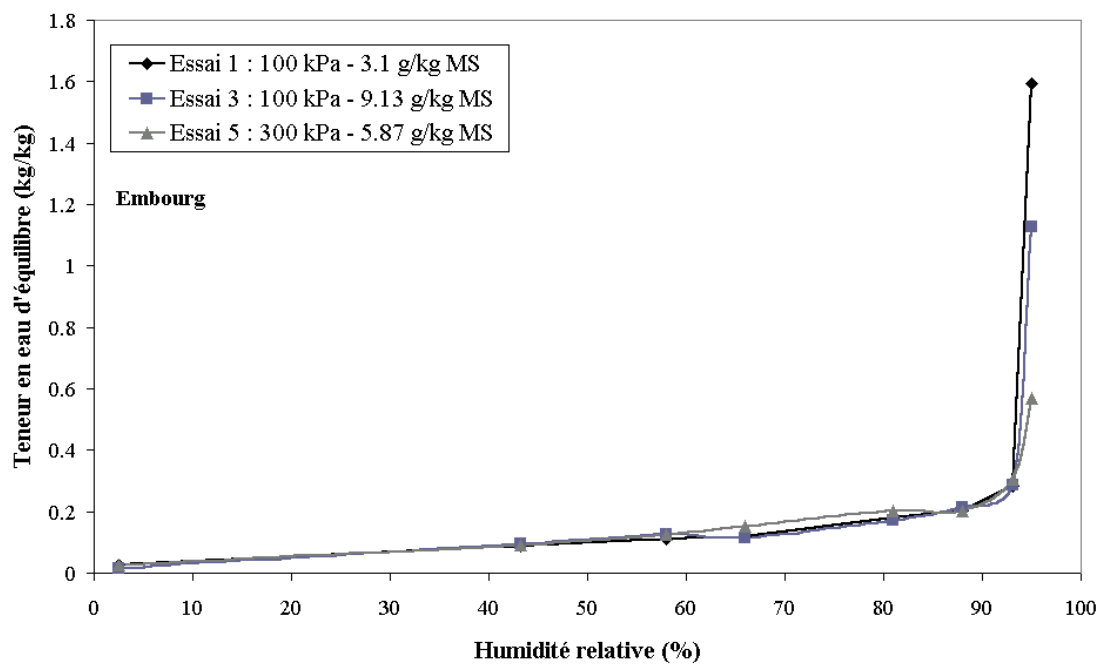


Figure IV.22 : Isothermes de désorption à 25°C pour trois échantillons de la boue d'Embourg - Essai 1, 3 et 5.

Comme précédemment, on ne remarque pas de différences marquées entre les courbes. On observe peu d'eau liée entre 0 et 80% HR (0.20 kg/kg), puis on assiste à une brusque augmentation. Pareillement à la Figure IV.21, la Figure IV.23 représente deux isothermes pour un même échantillon obtenu à partir de boue prélevée à 6 mois après les premiers essais (conditionnement et filtration au point central). La mesure est reproductible et montre que la boue a conservé ses caractéristiques du point de vue de sa teneur en eau liée entre les deux prélèvements.

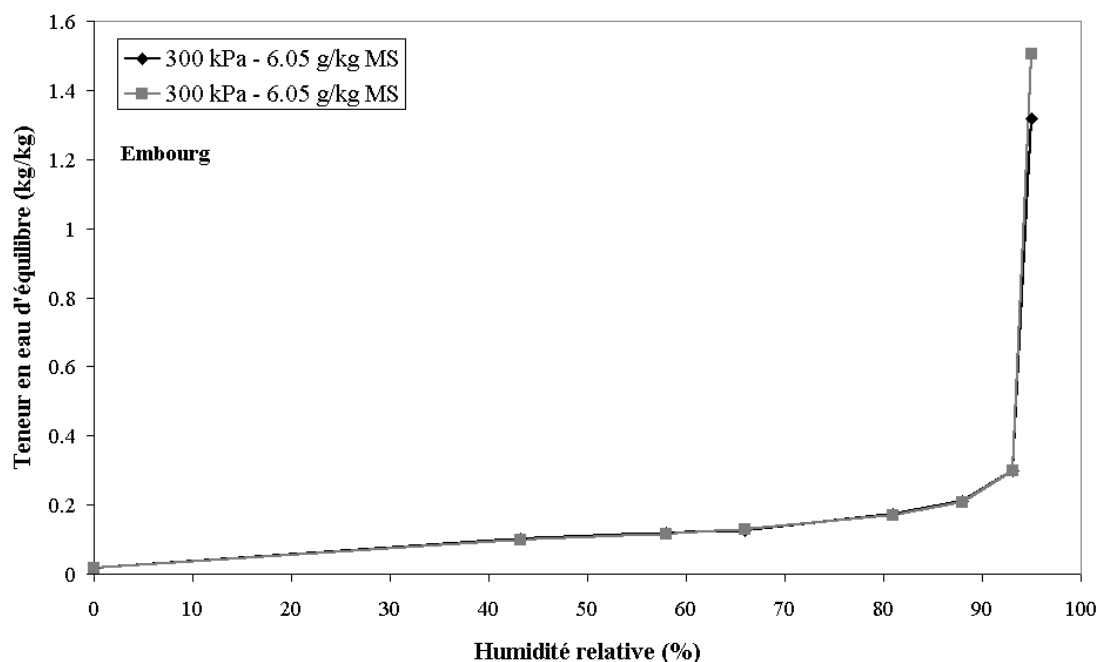


Figure IV.23 : Isothermes de désorption pour deux échantillons issus d'un même gâteau de filtration ; la boue ayant été prélevée à Embourg 6 mois après les premiers essais.

### 3.3. Modélisation

Certains des modèles listés dans le chapitre II ont été testés pour modéliser les isothermes de désorption. Vu leur faible gamme de validité ou les mauvais résultats obtenus, les modèles de Langmuir, BET, de Kuhn et de Harkins-Jura n'ont pas été considérés par la suite. Tous les points correspondant à des humidités relatives inférieures à 95% ont été considérés pour l'ajustement, ce qui dépasse la gamme de validité de certains modèles. Le modèle GAB a également été testé dans sa gamme d'application spécifique ( $10 < HR < 90$ ). Le Tableau IV.5 reprend les valeurs de l'erreur quadratique moyenne EQM pour chacun des modèles. Tant pour la boue de Retinne que pour celle d'Embourg, les modèles GAB et de Chung-Pfost donnent les moins bons résultats. Ceci n'est pas surprenant pour le modèle de Chung-Pfost car il s'applique essentiellement aux céréales (Marinos-Kouris et al., 1995). Par contre le modèle GAB est souvent employé et considéré comme celui qui s'adapte le mieux à différents types de matériaux (Timmermann et al., 2001). Les quatre autres modèles souvent utilisés pour modéliser des isothermes de type II (Smith, Hasley, Henderson et Oswin) donnent de bons résultats. Bien qu'aucun de ces modèles ne soit significativement meilleur, le modèle d'Oswin (Éq. IV.2) sera retenu pour la suite car il

permet d'obtenir l'erreur quadratique moyenne la plus faible pour Retinne. Dans le cas d'Embourg, le modèle GAB donne un EQM inférieur mais dans une gamme d'humidité plus restreinte. Le modèle d'Oswin est d'ailleurs l'un des plus fréquemment utilisés pour les produits organiques (Bassal, 1993).

$$W_{\text{éq}} = A \cdot \left( \frac{\text{HR}}{1 - \text{HR}} \right)^B \quad (\text{IV.2})$$

**Tableau IV.5 : EQM relatifs à l'ajustement des modèles d'isothermes de désorption pour les boues de Retinne et d'Embourg**

	Retinne	Embourg
GAB (HR<0.95)	0.042	0.031
GAB (0.1<HR<0.90)	0.055	0.011
Chung-Pfost	0.038	0.024
Hasley	0.030	0.021
Henderson	0.030	0.022
Oswin	0.026	0.017
Smith	0.028	0.020

Les Tableaux IV.6 et IV.7 reprennent les valeurs des paramètres A et B du modèle d'Oswin et leur limites de confiance à 95% ainsi que le EQM relatif à chaque ajustement pour les différentes isothermes obtenues respectivement sur les gâteaux de Retinne et d'Embourg. On peut observer, que pour des échantillons de la même boue, les paramètres A et B sont semblables, quel que soit le traitement (conditionnement et filtration). Les paramètres montrent également que les boues produites gardent une certaine constance dans le temps vis-à-vis de l'eau liée : les isothermes des boues prélevées à un intervalle de 6 mois sont identiques à celles des premiers essais.

**Tableau IV.6 : Paramètres du modèle d'Oswin et EQM pour chaque ajustement (Boue de Retinne)**

	A	B	EQM
Essai 3	0.14±0.05	0.44±0.19	0.041
Essai 5	0.13±0.03	0.42±0.12	0.026
'Autre'	0.14±0.05	0.39±0.16	0.035
Echantillon + 6 mois	0.15±0.02	0.35±0.06	0.013

**Tableau IV.7 : Paramètres du modèle d'Oswin et EQM pour chaque ajustement (Boue d'Embourg)**

	A	B	EQM
Essai 1	0.10±0.01	0.41±0.06	0.008
Essai 5	0.11±0.02	0.37±0.10	0.017
Essai 3	0.10±0.01	0.41±0.07	0.011
Echantillon + 6 mois	0.10±0.02	0.41±0.08	0.012

Sur la Figure IV.24, les points expérimentaux, les courbes d'ajustement (modèle d'Oswin) ainsi que les limites de confiance du modèle à pour  $\alpha = 0.95$  sont représentés, pour un échantillon des gâteaux obtenus au point central (Essai 5) à partir des boues de Retinne et d'Embourg. Pour une même humidité relative, le taux d'eau liée est légèrement supérieur pour Retinne que pour Embourg. La boue de Retinne est donc plus hygroscopique que la boue d'Embourg.

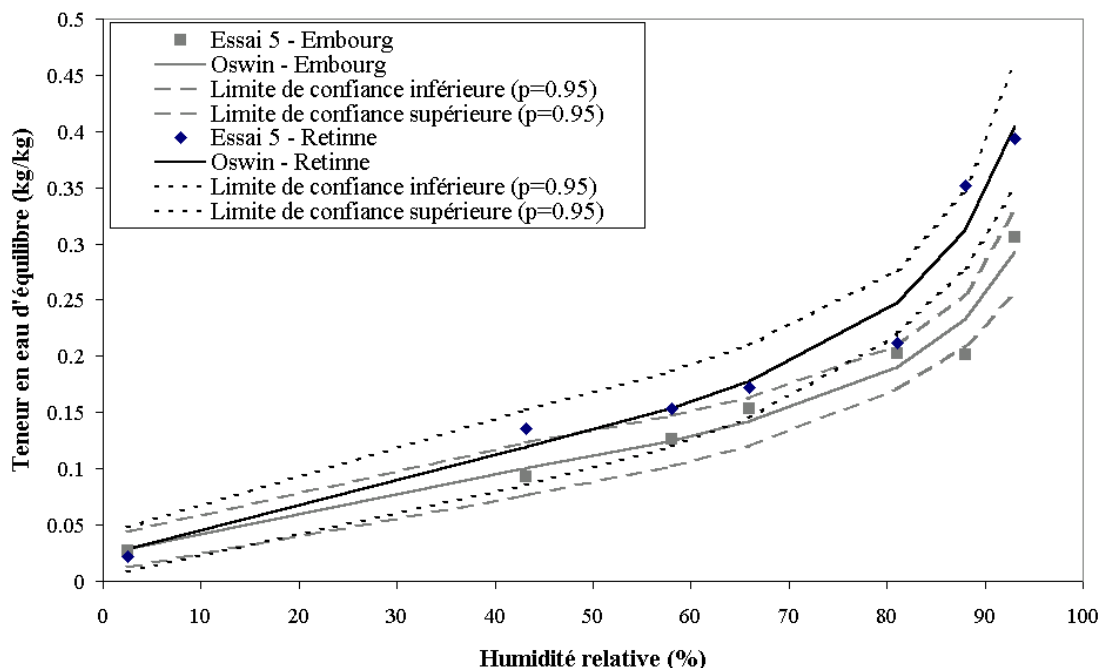


Figure IV.24 : Ajustement du modèle d'Oswin et limites de confiance ( $p=0.95$ ) pour la boue issue de la filtration au point du central du plan expérimental, pour Retinne et Embourg.

A 25°C, les deux boues présentent un taux d'eau liée relativement faible entre 0 et 80% HR.

#### 4. Comportement au séchage

Afin d'étudier l'éventuelle influence du conditionnement et de la filtration sur le séchage, des échantillons issus de chaque gâteau de filtration ont été séchés. Les échantillons sont extrudés à un diamètre de 12 mm et coupés à une hauteur de 15 mm. Les conditions opératoires sont les suivantes :

- Température de l'air :  $132.0 \pm 0.6$ , pour une consigne de 130°C ;
- Vitesse superficielle :  $1.66 \pm 0.01$  m/s, pour un débit consigne de 120 lN/min ;
- Humidité de l'air : 0.006 kg/kg (humidité ambiante) ;

Ce point ne constituant pas le cœur du travail, seules les courbes de vitesse de séchage sont examinées. L'information qu'elles contiennent est suffisante pour juger des effets du conditionnement et de la déshydratation. L'analyse détaillée en terme de flux de séchage fera l'objet du chapitre suivant traitant de l'influence des conditions opératoires de séchage sur la cinétique.

## 4.1. Boue de Retinne

Un échantillon de chaque gâteau de filtration a été soumis au séchage. Le Tableau IV.8 reprend les masses initiales  $M_0$ , finales  $M_f$ , la teneur en matières sèches initiales  $MS_0$  et la teneur en eau initiale sur base sèche  $W_0$  des essais réalisés en continu. Les différences observées pour les masses initiales sont une conséquence de la coupe manuelle de l'échantillon.

**Tableau IV.8 : Masses initiale, finale, siccité initiale et teneur en eau initiale sur base sèche pour chaque échantillon soumis au séchage - Retinne**

N° Essai	$\Delta P$ (kPa)	Dose Flocculant (g/kg MS)	$M_0$ (g)	$M_f$ (g)	$MS_0$ (-)	$W_0$ (kg/kg)
1	100	3.01	1.939	0.286	14.75%	5.78
2	100	5.91	1.916	0.320	16.70%	4.99
3	100	8.68	1.964	0.275	14.00%	6.14
4	300	2.96	2.050	0.251	12.25%	7.17
5	300	5.81	2.281	0.343	15.05%	5.64
5'	300	6.00	1.866	0.268	14.37%	5.96
5''	300	5.97	1.970	0.314	15.94%	5.27
6	300	8.82	1.944	0.280	14.40%	5.94
7	500	2.98	1.927	0.260	13.49%	6.41
8	500	5.91	1.937	0.275	14.20%	6.04
9	500	8.86	1.962	0.283	14.42%	5.93

### 4.1.1. Reproductibilité au point central

La Figure IV.25 montre l'évolution de la masse normée par la masse initiale pour les essais continus 5, 5' et 5''. Les courbes représentent l'ensemble des points expérimentaux (approx. entre 500 et 1500 points). Les symboles géométriques (◆, ■, ▲, ...) servent à identifier les différentes courbes. Globalement, la reproductibilité est bonne, de légères différences apparaissant dans la partie médiane de la courbe.

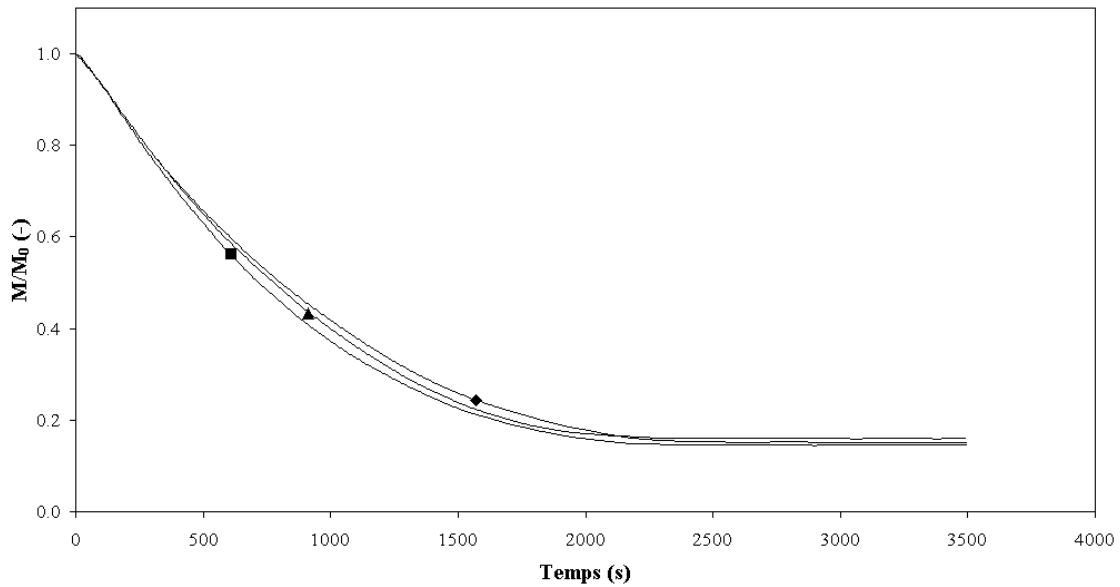


Figure IV.25 : Courbes de pertes de masse au point central - Essais 5 (◆), 5' (■) et 5'' (▲) - Retinne.

Les courbes de vitesse séchage correspondantes sont présentées à la Figure IV.26. La teneur en eau normée par la valeur initiale a été choisie pour abscisse car les échantillons ne possèdent pas exactement le même taux d'humidité (cf. Tableau IV.8). On remarque que les courbes 5' et 5'' se superposent pratiquement alors que les valeurs de vitesse de séchage sont pratiquement toujours supérieures pour l'essai 5. Ceci n'est pas surprenant car la masse initiale de l'échantillon de l'essai 5 est plus élevée (2.281 g) que pour les échantillons 5' (1.866 g) et 5'' (1.970 g) et la perte d'eau liée à la surface externe développée est donc plus grande.

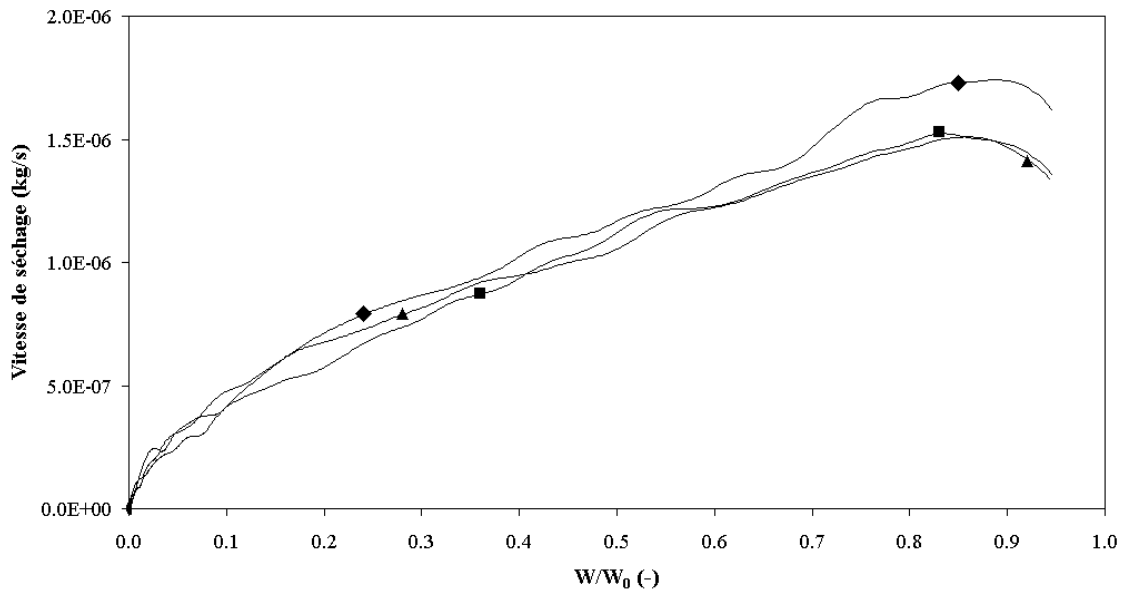


Figure IV.26 : Courbes de vitesse de séchage au point central - Essais 5 (◆), 5' (■) et 5'' (▲) - Retinne.



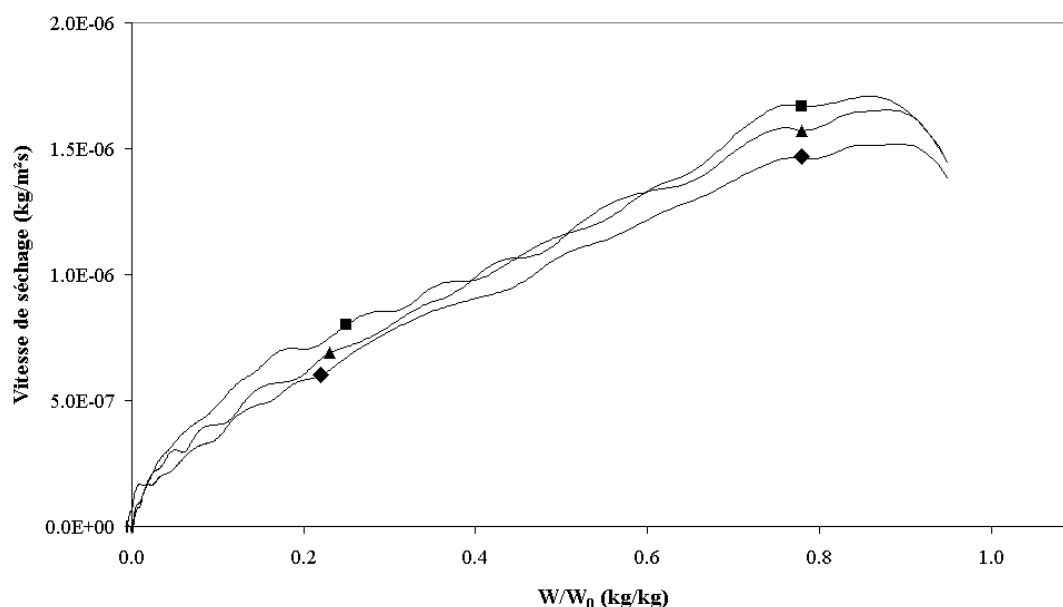
Le caractère reproductible peut être évalué par le calcul d'un écart type global  $s$  qui quantifie l'écart entre les différentes courbes. On utilise l'Éq. IV.1 dans laquelle les  $x_i$  sont les valeurs de la vitesse de séchage correspondant à  $n$  teneurs en eau  $W$ , avec des nombres de tests  $t_i$  chaque fois égaux à 3 ( car 3 courbes différentes). Au point central, l'écart entre les trois courbes de séchage est quantifié par  $s$  qui vaut  $5.8 \cdot 10^{-8}$ .

#### 4.1.2. Influence du $\Delta P$ de filtration

Les Figures IV.27 à IV.29 montrent les courbes de vitesse de séchage obtenue à différents  $\Delta P$  de filtration pour les trois dosages de polyélectrolyte. Globalement, aucune tendance ne se dégage et on peut affirmer que le  $\Delta P$  de filtration ne semble pas avoir d'effet sur la cinétique de séchage. Cette impression est confirmée par le calcul des écart types (Tableau IV.9). Les valeurs de  $s$  obtenues pour les courbes correspondant aux trois dosages sont du même ordre de grandeur voire plus faibles que celle calculée au point central. Les mêmes conclusions ont été obtenues par Bongiovanni dans le cas de boue synthétique de PVC (Bongiovanni, 1998).

**Tableau IV.9 : Écart type global pour les essais de séchage sur la boue de Retinne, lorsque le  $\Delta P$  varie pour un même dosage de polyélectrolyte (3 dosages différents)**

	$s$
Point central	$5.8 \cdot 10^{-8}$
Dosage flocculant = 3 g/kg MS	$6.1 \cdot 10^{-8}$
Dosage flocculant = 6 g/kg MS	$5.4 \cdot 10^{-8}$
Dosage flocculant = 9 g/kg MS	$6.9 \cdot 10^{-8}$



**Figure IV.27 : Courbes de vitesse de séchage pour des échantillons de gâteaux obtenus sous des  $\Delta P$  différents et une dose de flocculant de 3 g/kg MS – Essai 1 (◆), essai 4 (■), essai 7 (▲) - Retinne.**

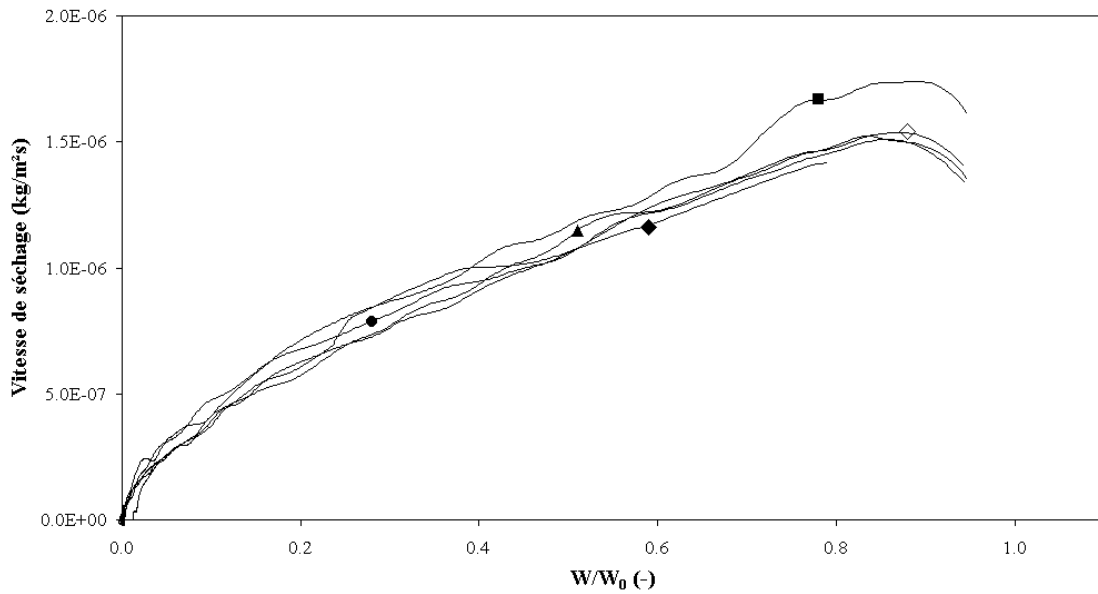


Figure IV.28 : Courbes de vitesse de séchage pour des échantillons de gâteaux obtenus sous des  $\Delta P$  différents et une dose de flocculant de 6 g/kg MS – Essai 2 (◆), essai 5 (■), essai 5' (▲), essai 5'' (●), essai 8 (◇) - Retinne.

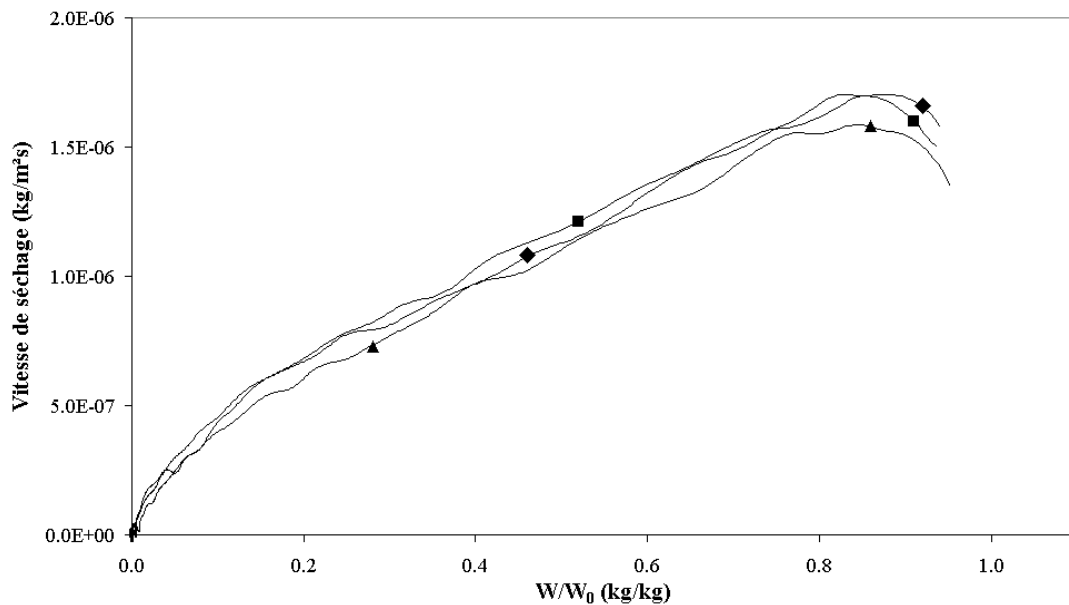


Figure IV.29 : Courbes de vitesse de séchage pour des échantillons de gâteaux obtenus sous des  $\Delta P$  différents et une dose de flocculant de 9 g/kg MS – Essai 3 (◆), essai 7 (■), essai 9 (▲) - Retinne.

#### 4.1.3. Influence de la dose de flocculant

Les Figures IV.30 à IV.31 représentent les courbes de vitesse de séchage correspondant à des doses de polyélectrolyte différentes, pour les trois niveaux de  $\Delta P$  de filtration. De nouveau, aucune influence du dosage effectif ne peut être détectée. Le

Tableau IV.10 montre clairement que les 3 s sont inférieurs ou du même ordre de grandeur au s des séchages au point central.

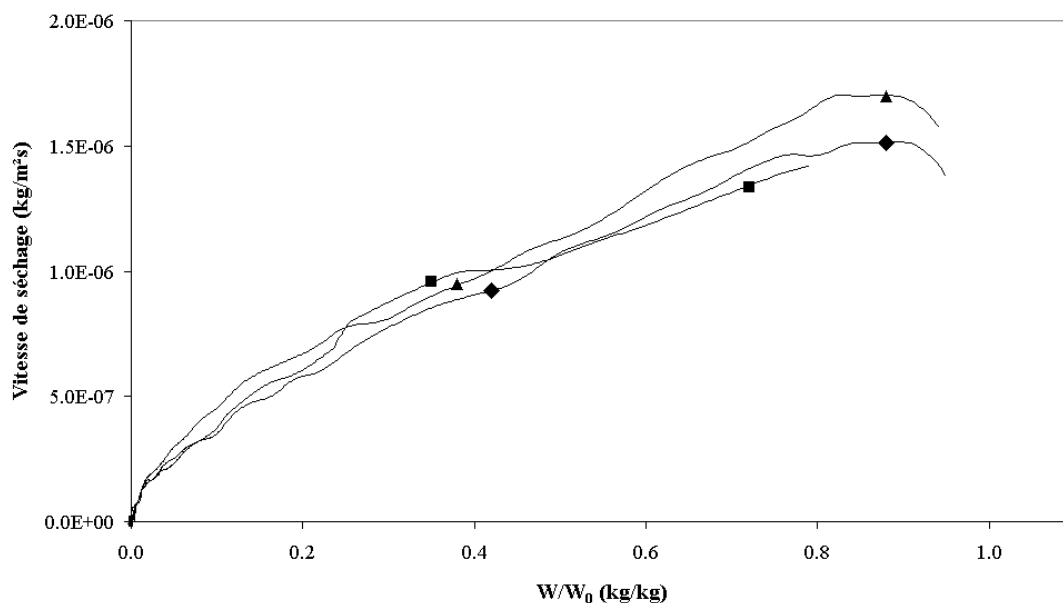


Figure IV.30 : Courbes de séchage pour des échantillons de gâteaux obtenus sous des doses de flocculant différentes et un  $\Delta P$  de 100 kPa – Essai 1 (◆), essai 2 (■), essai 3 (▲) - Retinne.

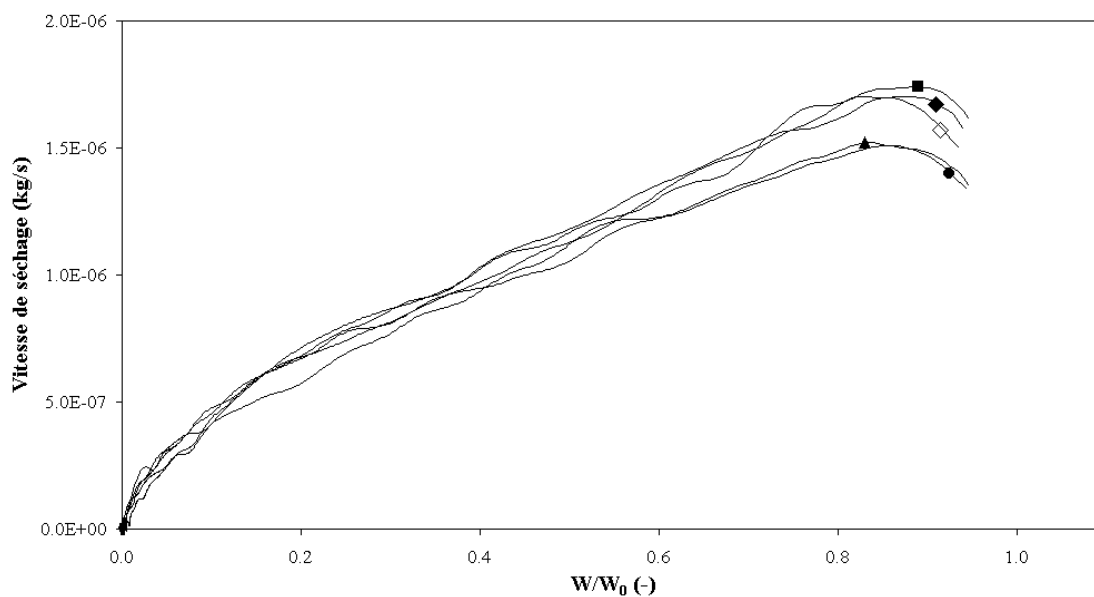


Figure IV.31 : Courbes de séchage pour des échantillons de gâteaux obtenus sous des doses de flocculant différentes et un  $\Delta P$  de 300 kPa – Essai 4 (◆), essai 5 (■), essai 5' (▲), essai 5'' (●), essai 6 (◇) - Retinne.

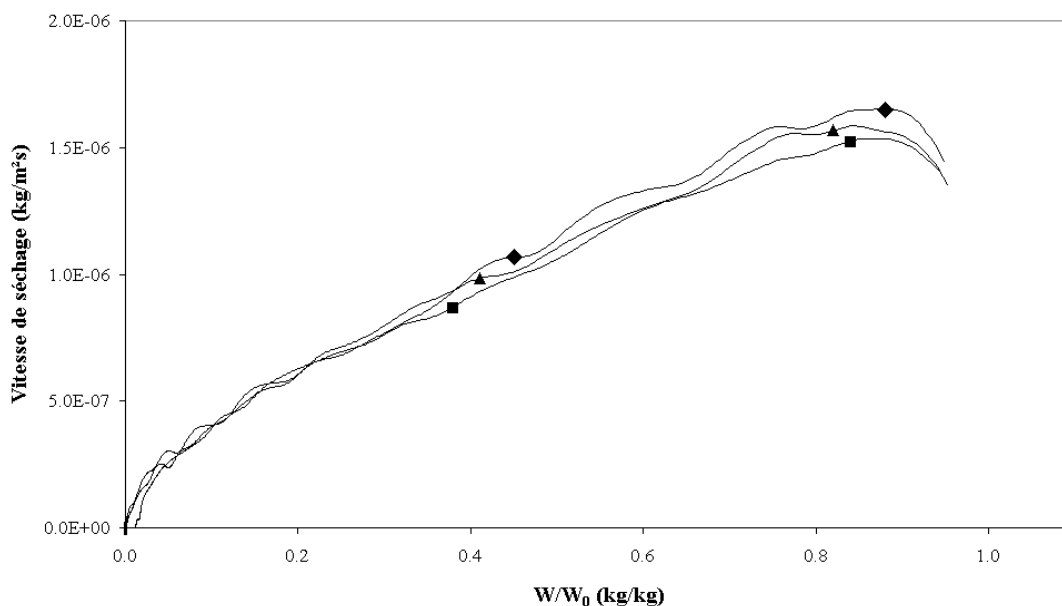


Figure IV.32 : Courbes de séchage pour des échantillons de gâteaux obtenus sous des doses de flocculant différentes et un  $\Delta P$  de 500 kPa – Essai 7 (◆), essai 8 (■), essai 9 (▲) - Retinne.

Tableau IV.10 : Écart type global pour les essais de séchage sur la boue de Retinne, lorsque la dose de flocculant varie pour un même  $\Delta P$  (3 niveaux de  $\Delta P$  différents)

	S
Point central	$5.8 \cdot 10^{-8}$
$\Delta P = 100$ kPa	$9.5 \cdot 10^{-8}$
$\Delta P = 300$ kPa	$5.3 \cdot 10^{-8}$
$\Delta P = 500$ kPa	$4.3 \cdot 10^{-8}$

## 4.2. Boue d'Embourg

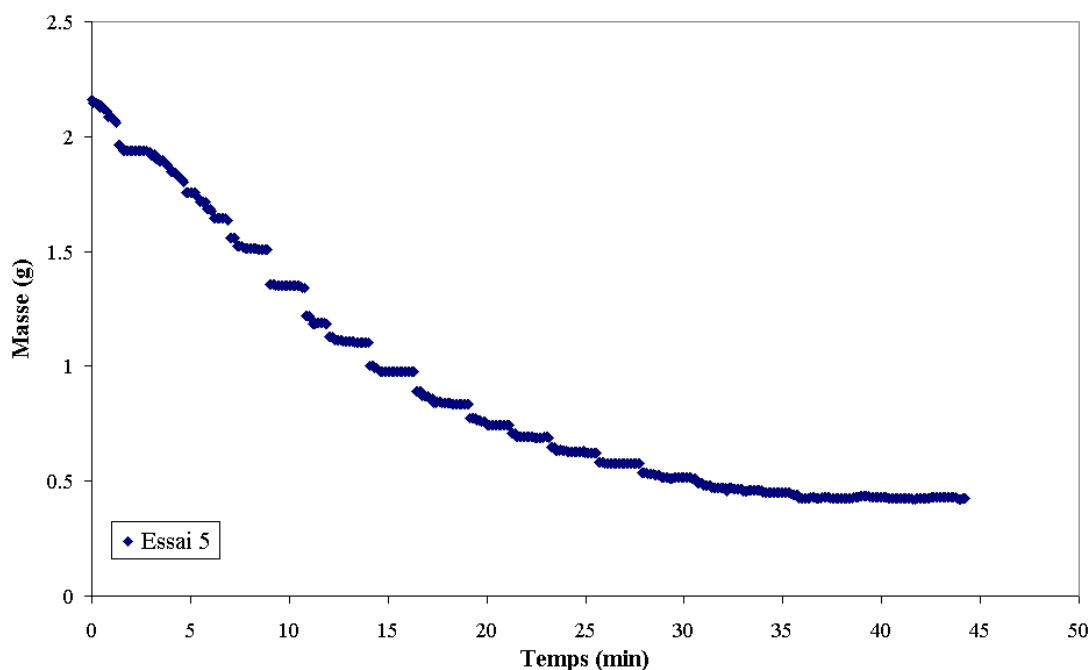
De manière parallèle aux essais de séchage réalisés sur les gâteaux de boue de Retinne, les mêmes essais ont été menés sur des échantillons extrudés à partir des gâteaux de boue d'Embourg. Le Tableau IV.11 indique les masses initiales  $M_0$ , finales  $M_f$ , la teneur en matières sèches initiale  $MS_0$  ainsi que la teneur en eau sur base sèche  $W_0$  avant séchage des 10 échantillons. Une partie des essais n'est malheureusement pas exploitable suite à des problèmes de stabilisation de la pesée. La Figure IV.33 illustre un séchage pour lequel des problèmes de stabilisation de la pesée se sont produits. Les courbes utilisables (Essais 1, 3, 4, 5' et 6) sont celles obtenues après règlement de ce problème. Vu le problème de vieillissement des gâteaux, il n'a pas été possible de recommencer les précédents essais.

Les courbes de vitesse de séchage des 5 essais sont représentées à la Figure IV.34. On peut observer que 4 des 5 essais se recouvrent presque complètement. Par contre, pour l'essai 4, on observe une vitesse plus élevée. Si on regarde le Tableau IV.11, on constate que cet échantillon est nettement différent des autres par son

humidité initiale. Si on exclut l'essai 4, on obtient un écart type comparable à ceux obtenus pour Retinne ( $4.1 \cdot 10^{-8}$ ).

**Tableau IV.11 : Masses initiale, finale, siccité initiale et teneur en eau initiale sur base sèche pour chaque échantillon soumis au séchage**

N° Essai	$\Delta P$ (kPa)	Dose Flocculant (g/kg MS)	$M_0$ (g)	$M_f$ (g)	$MS_0$ (-)	$W_0$ (kg/kg)
1	100	3.10	1.946	0.368	18.93%	4.28
2	100	6.00	1.981	0.350	17.67%	4.66
3	100	9.13	2.044	0.436	21.35%	3.68
4	300	3.01	2.250	0.312	13.86%	6.22
5	300	5.87	2.218	0.418	18.82%	4.31
5'	300	5.98	2.034	0.429	21.10%	3.74
6	300	8.86	2.002	0.424	21.17%	3.72
7	500	3.02	2.453	0.385	15.69%	5.38
8	500	5.90	2.083	0.397	19.05%	4.25
9	500	8.95	2.265	0.444	19.62%	4.10



**Figure IV.33 : Essai de séchage avec problème de stabilisation de la pesée - Embourg.**

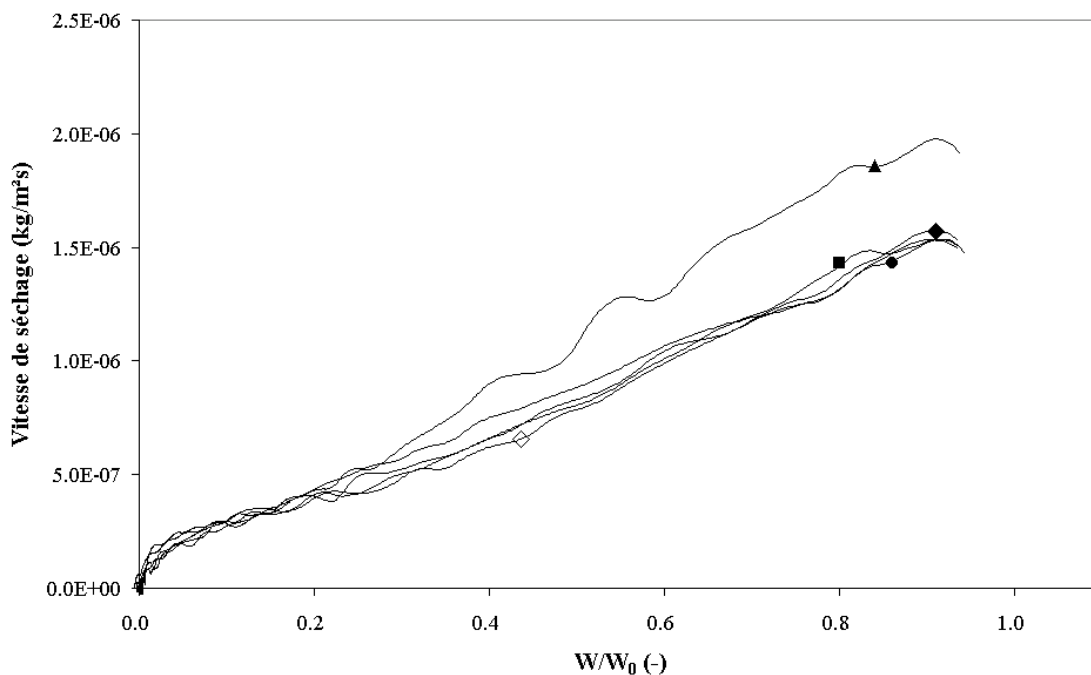


Figure IV.34 : Essais de séchage pour des échantillons des gâteaux de boue d'Embours – Essai 1 (◆), essai 3 (■), essai 4 (▲), essai 5' (●) et essai 6 (◇).

### 4.3. Conclusions

Les essais de séchage menés sur des échantillons extrudés à partir des gâteaux de filtration montrent que ni le  $\Delta P$  de filtration, ni le dosage de flocculant n'ont d'influence marquée sur la cinétique de séchage dans les gammes étudiées.

## 5. Synthèse générale

Conformément au premier objectif fixé en début de chapitre, nous avons montré qu'il est possible de produire des échantillons de boue déshydratée dont la siccité est constante. En effet, l'obtention d'un matériau reproductible constitue un point clé pour la suite du travail. Pour les deux boues, la siccité optimale est obtenue par filtration sous une perte de charge de 300 kPa après ajout de 6 g de polyélectrolyte cationique par kg de matières sèches de boue.

En réponse au second objectif de ce chapitre, la caractérisation des gâteaux de filtration ne permet pas d'établir une relation entre la texture de la boue et les variables opératoires que sont le dosage de flocculant et le  $\Delta P$  de filtration.

Le troisième objectif de ce chapitre portait sur l'influence de ces deux variables opératoires de la procédure de conditionnement et de filtration sur la cinétique de séchage. Les essais de séchage réalisés ont montré que ces variables opératoires ne possèdent pas d'influence sur la cinétique de séchage.

Tout au long du chapitre, des différences entre les deux boues ont été mises en évidence. La procédure de conditionnement-déshydratation produit des gâteaux plus secs avec la boue d'Embourg qui présente une résistance spécifique à la filtration plus faible que la boue de Retinne. Pour une même siccité, les propriétés rhéologiques (modules élastiques et visqueux) des gâteaux obtenus avec la boue d'Embourg ont des valeurs inférieures à celles mesurées sur les gâteaux de boue de Retinne. En ce qui concerne les isothermes de désorption, leur détermination a montré que la boue de Retinne contenait un taux d'eau liée légèrement supérieur à la boue d'Embourg. Ces trois observations semblent indiquer que la boue de Retinne déshydratée est plus compacte et rigide que la boue d'Embourg. En effet, une résistance à la filtration élevée est le reflet d'une perméabilité faible. Un module élastique élevé signifie que le matériau est rigide. Enfin, un taux d'eau liée plus élevé peut être le signe de forces de cohésion plus fortes au sein du matériau. Les teneurs différentes en matières minérales et organiques qui ont été mesurées pour les deux boues (cf. Tableau IV.1.) ainsi que l'addition de chaux lors de l'épaississement à Retinne constituent sans doute une des explications à ces observations.

Les différents tests mettent en évidence l'importance du niveau de siccité du gâteau de filtration. En effet, pour une même boue, il existe une relation en loi de puissance entre les propriétés rhéologiques et la teneur en matières sèches. De plus, en ce qui concerne les courbes de vitesse de séchage, on constate que l'utilisation de la teneur en eau normée par la teneur en eau initiale en abscisse permet d'obtenir un comportement similaire pour des boues de siccités différentes.

Cette procédure de conditionnement-déshydratation sera utilisée pour produire tous les échantillons de boue employés pour des essais de séchage dans la suite du travail.

## 6. Références

Bassal, A., *Etude de l'activité de l'eau dans les aliments au-dessus de 100°C*, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires, Massy (1993).

Bongiovanni, J.-M., *Traitement des boues résiduaires par l'association en série d'une déshydratation mécanique et d'un séchage thermique*, Thèse de doctorat, Université de Pau et des Pays de l'Adour (1998).

Brunauer, S., Deming, L. S., Deming, W. S., et Teller, E., "On a theory of the van der Waals adsorption of gases," *J. Am. Chem. Soc.*, **62**, 1723-1732 (1940).

Degrémont, *Mémento technique de l'eau*, Lavoisier - Technique et Documentation : Paris (1989).

Lee, C. H., et Liu, J. C., "Sludge dewaterability and floc structure in dual polymer conditioning," *Adv. Environ. Res.*, **5**, 129-136 (2001).

Marinos-Kouris, D., et Maroulis, Z. B., Transport properties in the drying of solids. Dans : *Handbook of industrial drying*, Mujumdar, A S, éd ; Marcel Dekker, Inc : New-York; pp.-742 (1995).

Mevis, J., et Macosko, C. W., Suspension rheology. Dans : *Rheology. Principles, measurements, and applications*, Wiley/VCH : Poughkeepsie, NY; pp.425-474 (1994).

Rehmat, T., Branion, R., Duff, S., et Groves, M., "A laboratory sludge press for characterizing sludge dewatering," *Wat. Sc. Tech.*, **35**, 189-196 (1997).

Timmermann, E. O., Chirife, J., et Iglesias, H. A., "Water sorption isotherms of food and foodstuffs : BET or GAB parameters ?," *J. Food Eng.*, **48**, 19-31 (2001).



## CHAPITRE V. SÉCHAGE ET RETRAIT : ANALYSE DES RÉSULTATS

---

Ce chapitre présente les résultats qui ont été obtenus grâce au couplage des données issues de la microtomographie et des essais de séchage. L'influence des variables opératoires (température  $T$ , vitesse superficielle  $v$  et humidité de l'air  $Y$ ) sur le séchage est étudiée pour les deux boues considérées dans ce travail. Les points suivants sont abordés : le retrait, la cinétique, la fissuration et les profils d'humidité. La synthèse générale du chapitre est présentée sous la forme d'une analyse multi-zones.

Les échantillons utilisés pour les essais de séchage ont été obtenus en suivant la procédure de conditionnement-déshydratation décrite au chapitre IV. Pour rappel, le dosage de flocculant et le  $\Delta P$  de filtration sont fixés respectivement à 6 g/kg MS et 300 kPa. Les échantillons sont obtenus par extrusion du gâteau recueilli après 1 heure de filtration.

Lors du prélèvement de chacune des boues liquides, les teneurs en matières sèches et en matières volatiles ont été déterminées (Tableau V.1). Par rapport aux essais réalisés au chapitre précédent, la boue d'Embourg a conservé les mêmes caractéristiques, alors que la boue de Retinne présente une siccité supérieure et un taux de matières volatiles inférieur. Ceci peut s'expliquer par la prise d'échantillon. À la station d'Embourg, la boue liquide a été prélevée lorsque l'unité de déshydratation était en fonctionnement alors qu'à Retinne la boue a été prélevée en pied d'épaississeur. Dans le premier cas, la composition de la boue est plus constante (régime d'écoulement établi) que dans le second où les premières fractions récoltées sont plus épaisses et dépendent de la manière dont le technicien effectue le prélèvement.

**Tableau V.1 : Siccité et teneur en matières volatiles des boues prélevées après épaississement dans les stations de Retinne et Embourg**

	Siccité (%)	Matières volatiles (%/MS)
Retinne	4.7±0.01	45±0.5
Embourg	3.0±0.02	63±1.2

### 1. Plan expérimental

Comme indiqué au paragraphe 4.9 du chapitre III, un plan expérimental à trois variables et à trois niveaux a été considéré, ce qui correspond à 27 points expérimentaux différents. Pour rappel les niveaux de température ont été fixés à 80, 120 et 160°C. Le débit d'air a été choisi de manière à atteindre des vitesses superficielles de 1, 2 et 3 m/s. L'air à humidité ambiante a été utilisé ( $Y = 0.006$  kg/kg). L'ajout de vapeur a été

effectué de manière à atteindre deux autres niveaux d'humidité absolue de l'air, c'est-à-dire 0.15 et 0.41 kg/kg soit des pressions partielles de vapeur de 20 et 40 kPa.

Dans la pratique, certains essais correspondant à un haut taux d'humidité de l'air n'ont pas pu être menés à terme à cause d'instabilités lors de la pesée. Pour la majorité des points du plan, deux essais de séchage ont été réalisés, l'un en continu permettant d'établir les courbes de perte de masse, l'autre en discontinu pour effectuer les mesures dans le tomographe.

## 1.1. Boue de Retinne

Le Tableau V.2 reprend les conditions opératoires réalisées avec la boue de Retinne.

**Tableau V.2 : Plan expérimental réalisé sur les échantillons de la boue de Retinne**

Numéro de l'essai	Température (°C)	Vitesse (m/s)	Humidité		
			HR (%)	Y (kg/kg)	P <sub>e</sub> (Pa)
1 <sup>(a)</sup>	80	1	_(b)	_(b)	_(b)
2 <sup>(a)</sup>	80	2	_(b)	_(b)	_(b)
3 <sup>(a)</sup>	80	3	_(b)	_(b)	_(b)
4	80±0.4	0.98±0.03	38±5	0.14±0.02	18000±2400
5	80±0.6	1.92±0.06	35±6	0.12±0.03	16600±2800
6	78±0.5	2.8±0.1	37±7	0.12±0.03	16200±3000
7 <sup>(c)</sup>	77±1.1	0.89±0.05	77±9	0.29±0.05	32300±3800
8 <sup>(c)</sup>	78±0.4	1.8±0.1	75±9	0.30±0.05	32800±3900
9 <sup>(d)</sup>	_(d)	_(d)	_(d)	_(d)	_(d)
10 <sup>(a)</sup>	120	1	_(b)	_(b)	_(b)
11 <sup>(a)</sup>	120	2	_(b)	_(b)	_(b)
12 <sup>(a)</sup>	120	3	_(b)	_(b)	_(b)
13	118±0.9	0.92±0.04	7±2	0.09±0.03	13000±3700
14 <sup>(c)</sup>	121±1.1	1.93±0.09	8±2	0.12±0.04	16400±4100
15	119±0.4	2.9±0.1	9±1	0.13±0.02	17300±1900
16	118±1.5	0.90±0.07	18±3	0.31±0.08	33600±5600
17 <sup>(c)</sup>	122±1.1	1.8±0.2	15±3	0.29±0.08	31700±6300
18 <sup>(d)</sup>	_(d)	_(d)	_(d)	_(d)	_(d)
19 <sup>(a)</sup>	160	1	_(b)	_(b)	_(b)
20 <sup>(a)</sup>	160	2	_(b)	_(b)	_(b)
21 <sup>(a)</sup>	160	3	_(b)	_(b)	_(b)
22	160±0.7	1.06±0.02	4±0.2	0.20±0.01	24800±1200
23 <sup>(c)</sup>	160±0.8	2.13±0.05	4±0.3	0.20±0.02	24800±1900
24	160	3	_(b)	_(b)	_(b)
25	161±1.1	0.98±0.04	6±0.4	0.38±0.04	38100±2500
26	162±1.0	2.00±0.06	6±0.3	0.39±0.03	39100±2000
27 <sup>(c)</sup>	162±1.4	3.0±0.2	6±0.6	0.39±0.06	39100±3900

<sup>(a)</sup> Pas d'écart type sur la vitesse et la température car pas d'acquisition via la sonde ; <sup>(b)</sup> Pas d'acquisition via la sonde température-humidité ; <sup>(c)</sup> Séchage fortement perturbé ; <sup>(d)</sup> Point non réalisé ;

Certaines mesures (indiquées par <sup>(b)</sup>) de contrôle de la température et de l'humidité de l'air n'ont pas pu être effectuées et/ou enregistrées pour des raisons matérielles. Aucun écart standard ne peut donc être calculé pour ces points expérimentaux. Les essais 1, 2, 3, 10, 11, 12, 19, 20 et 21 ont été réalisés avec de l'air à humidité ambiante. Certains essais à forte humidité relative ont été fortement perturbés par des phénomènes de condensation et d'instabilité de la balance lors de la mesure. Les erreurs expérimentales sont plus importantes pour les résultats correspondant à ces points <sup>(d)</sup>.

De manière générale, on a pu remarquer que la conduite des essais réalisés avec de l'air humidifié est particulièrement délicate. En effet, le fonctionnement du générateur de vapeur est tel que la production s'arrête lorsque le niveau d'eau nécessite un remplissage. En conséquence, lors d'un essai de séchage, la production de vapeur peut être brièvement interrompue jusqu'à six fois. Ces phases transitoires influencent le déroulement du séchage et ont également pour effet que la teneur en humidité de l'air est inférieure à la valeur cible du plan expérimental. Les Figures V.1 et V.2 permettent d'illustrer ces phases transitoires dans le cas de l'essai n° 17. Si on regarde attentivement la courbe de perte de masse (Figure V.1) on peut remarquer deux légères cassures (cercles). Ces cassures se répercutent sur la courbe de vitesse de séchage, comme indiqué sur la Figure V.2 (—). La courbe d'humidité relative de l'air (■) de la Figure V.2 illustre bien le fonctionnement du générateur de vapeur : on observe des zones de production stable pour lesquelles l'humidité de l'air est constante entrecoupées par des zones transitoires caractérisées par une chute de l'humidité de l'air lorsque le générateur est alimenté en eau, suivie par une augmentation du taux d'humidité lorsque la production de vapeur reprend. On voit clairement sur la Figure V.2 que ces zones où la vitesse de séchage augmente puis diminue (—) correspondent à une chute puis à une augmentation de l'humidité relative de l'air de séchage (■).

Ce défaut de régulation du système indique que la cinétique de séchage est fortement influencée par les conditions externes, et donc que les résistances extragranulaires prédominent, pendant une partie du séchage tout au moins.

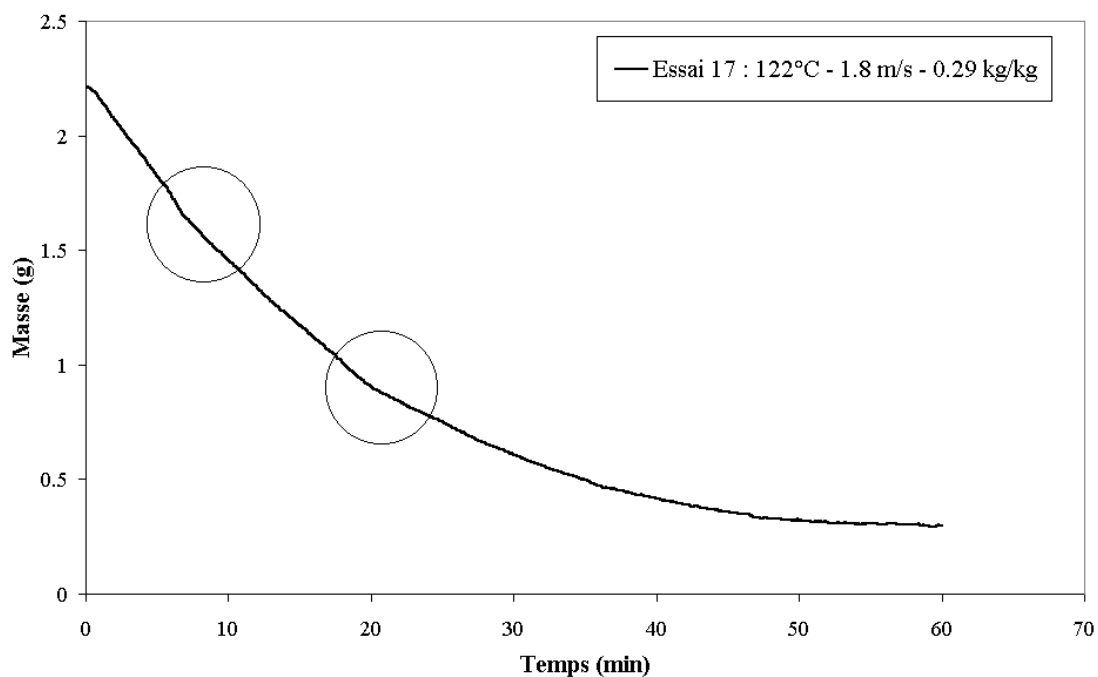


Figure V.1: Courbe de perte de masse pour un séchage sous fort taux d'humidité indiquant des cassures dans l'allure générale de la courbe.

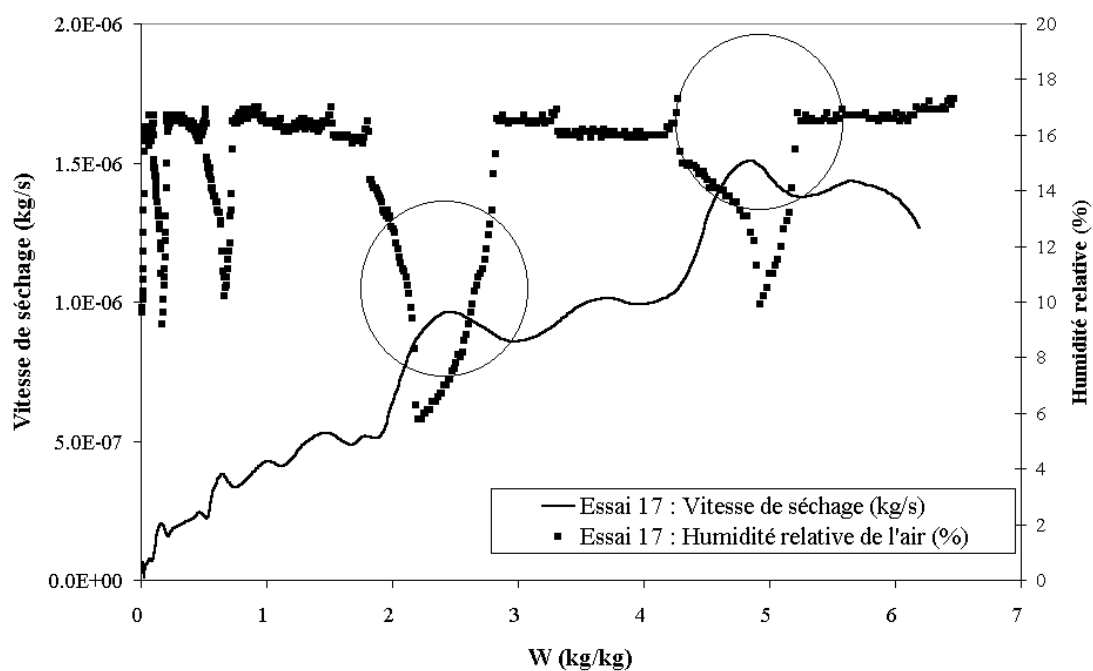


Figure V.2 : Courbe de vitesse de séchage et humidité relative de l'air de séchage utilisé mettant en évidence l'influence de zones transitoires sur la cinétique.

## 1.2. Boue d'Embourg

Le même plan expérimental a été réalisé sur les échantillons de boue d'Embourg. Les conditions opératoires effectivement réalisées sont reprises dans le Tableau V.3. Les problèmes de régulation à haut taux d'humidité mentionnés ci-dessus se posent ici également.

**Tableau V.3 : Plan expérimental réalisé sur les échantillons de la boue d'Embourg**

Numéro de l'essai	Température (°C)	Vitesse (m/s)	Humidité		
			HR (%)	Y (kg/kg)	P <sub>c</sub> (Pa)
1	80±0.3	1	(a)	0.006	(a)
2	80±0.5	2	(a)	0.006	(a)
3	82±0.1	3	(a)	0.006	(a)
4	78±0.3	1.0±0.02	42±3	0.14±0.01	18300±1300
5	80±0.6	1.9±0.05	36±5	0.13±0.02	17000±2400
6 <sup>(b)</sup>	81±0.3	2.9±0.09	35±5	0.13±0.02	17300±2500
7 <sup>(b)</sup>	79±0.5	0.9±0.04	70±6	0.29±0.04	31900±3800
8 <sup>(b)</sup>	79±0.5	1.8±0.09	69±8	0.28±0.05	31400±3600
9 <sup>(b)</sup>	80±0.6	2.7±0.09	70±8	0.31±0.05	33200±3800
10	120±2	1	(a)	0.006	(a)
11	120±1	2	(a)	0.006	(a)
12	122±0.3	3	(a)	0.006	(a)
13	117±0.9	1.0±0.04	9±2	0.12±0.03	16200±3600
14	120±1	1.9±0.07	8±1.5	0.12±0.03	15900±2300
15 <sup>(b)</sup>	119±0.6	2.8±0.13	8±2	0.11±0.03	15400±3800
16	120±1.2	0.9±0.07	15±3	0.26±0.07	29800±6000
17	120±1	1.8±0.15	16±3	0.29±0.08	31800±6000
18	120±0.4	2.8±0.2	18±2.5	0.34±0.07	35800±5000
19	160±0.9	1	(a)	0.006	(a)
20	160±0.7	2	(a)	0.006	(a)
21	164±0.7	3	(a)	0.006	(a)
22	162±1.2	1.1±0.03	4±0.3	0.22±0.02	26000±2000
23	160±1	2.1±0.05	4±0.3	0.20±0.02	24800±1900
24 <sup>(b)</sup>	162±1	3.3±0.1	4±0.4	0.22±0.03	27000±2600
25 <sup>(b)</sup>	162±2	1.0±0.06	6±0.6	0.39±0.06	39100±3900
26 <sup>(b)</sup>	161±1	2.2±0.2	6±1	0.38±0.10	38100±6400
27	165±2	3.2±0.4	6±0.5	0.45±0.13	42100±7000

<sup>(a)</sup> Pas d'acquisition de l'humidité de l'air via la sonde ; <sup>(b)</sup> Séchage fortement perturbé ;

## 2. Le retrait

Les courbes de retrait montrant l'évolution du volume normé par le volume initial en fonction de la teneur en eau normée par la teneur initiale ont été déterminées à partir des images tomographiques des sections transversales et des projections de l'échantillon conformément à la méthodologie décrite dans le paragraphe 4 du chapitre III.

Pour chaque essai, deux échantillons sont utilisés. Le premier extrudat correspond à l'essai de séchage en continu. Des mesures tomographiques sont effectuées uniquement avant et après le séchage. Le second extrudat est celui utilisé lors du séchage avec interruptions pour des mesures dans le tomographe. Les figures comportent donc deux points en début ( $W/W_0 = 1$ ) et en toute fin de séchage ( $W/W_0 = 0$ ). Pour faciliter la lecture des figures, les points sont légèrement décalés pour  $W/W_0 = 0$ .

### 2.1. Boue de Retinne

Les courbes de retrait ont été déterminées pour la majorité des points expérimentaux (sauf N° 6, 7 et 9). La Figure V.3 présente le type de courbe qui est obtenu lorsque l'on porte la valeur du volume normé par sa valeur initiale  $V/V_0$  en fonction de la teneur en eau rapportée à sa valeur initiale  $W/W_0$ . Les courbes de retrait présentent une zone de retrait linéaire qui se poursuit par un petit plateau en fin de séchage (la barre verticale indique la séparation sur la figure). Ce plateau indique que l'échantillon a atteint ses dimensions finales. La présence d'une zone linéaire est généralement caractéristique d'un retrait idéal, c'est-à-dire pour lequel la réduction de volume de l'échantillon correspond exactement à la quantité d'eau évaporée par séchage. Les courbes de retrait expérimentales ont été comparées avec un retrait idéal. On constate un bon accord entre les courbes expérimentales et le retrait idéal pendant toute la durée de la zone linéaire. A partir du moment où le retrait cesse, le volume expérimental mesuré est supérieur au volume correspondant à un retrait idéal.

La valeur du seuil de teneur en eau à partir duquel le retrait cesse, ainsi que la valeur finale de  $V/V_0$  ont été déterminées pour chaque courbe à l'aide d'un programme de régression linéaire. Il s'agit en fait d'ajuster successivement deux droites sur les points expérimentaux (Figure V.4). La première droite part du point (1,1) et s'arrête lorsque le retrait cesse, au point  $((W/W_0)_{\text{seuil}}, (V/V_0)_{\text{final}})$ . La seconde droite est une horizontale représentant le plateau à  $(V/V_0)_{\text{final}}$ . Étant donné que le point (1,1) doit appartenir à la première droite, il n'y a que deux paramètres à ajuster : la valeur finale de  $V/V_0$   $(V/V_0)_{\text{final}}$  et la valeur du seuil  $(W/W_0)_{\text{seuil}}$  (Éq. V.1).

$$\begin{aligned} V/V_0 &= 1 + \frac{1 - (V/V_0)_{\text{final}}}{1 - (W/W_0)_{\text{seuil}}} (W/W_0 - 1) && \text{pour } W/W_0 > (W/W_0)_{\text{seuil}} \\ V/V_0 &= (V/V_0)_{\text{final}} && \text{pour } W/W_0 \leq (W/W_0)_{\text{seuil}} \end{aligned} \quad (\text{V.1})$$

Les valeurs obtenues pour les paramètres, les limites de confiance à 95% et l'erreur quadratique moyenne de la régression EQM sont reprises dans le Tableau V.4. On peut remarquer que le seuil  $W/W_0$  est toujours très petit. Il est cependant significativement différent de zéro pour plus de la moitié des essais (en gras), c'est-à-dire que la valeur 'zéro' n'est pas comprise dans l'intervalle de confiance du paramètre. Le retrait final  $V/V_0$  n'est pas significativement différent de zéro pour les essais 4 et 8.

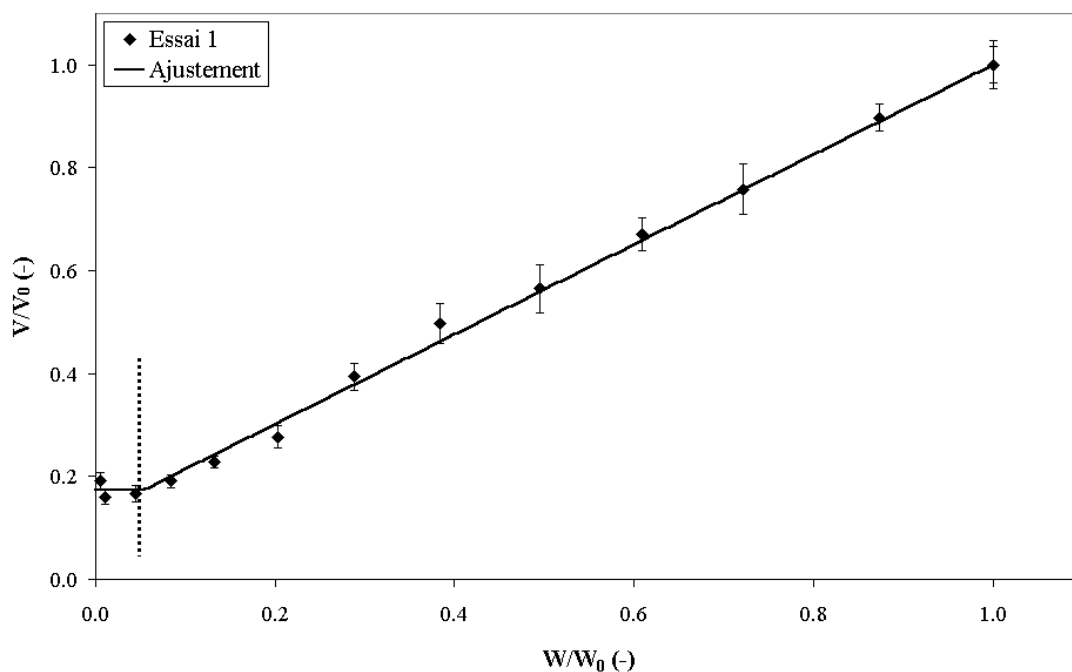


Figure V.3 : Courbe de retrait type obtenue lors des essais de séchage de la boue de Retinne - Essai 1.

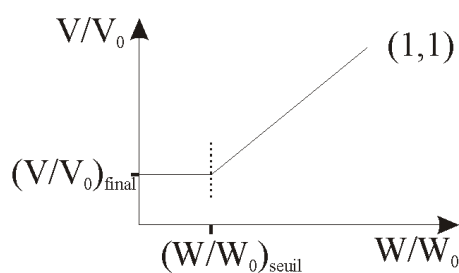


Figure V.4 : Représentation des deux droites ajustées sur les courbes de retrait et localisation des deux paramètres d'ajustement.

**Tableau V.4 : Valeurs, limites de confiance à 95% et EQM obtenues lors de la détermination du seuil en dessous duquel le retrait cesse et du retrait final – Boue de Retinne**

Numéro de l'essai	$(W/W_0)_{\text{seuil}}$	LC à 95%	$(V/V_0)_{\text{final}}$	LC à 95%	EQM
1	<b>0.053</b>	0.032	<b>0.17</b>	0.021	0.017
2	0.014	0.038	<b>0.17</b>	0.026	0.016
3	0.000	0.095	<b>0.18</b>	0.069	0.029
4	0.038	LC>100	0.15	LC>100	0.029
5	0.045	0.055	<b>0.16</b>	0.042	0.018
8	0.090	LC>100	0.18	LC>100	0.020
10	<b>0.049</b>	0.032	<b>0.17</b>	0.023	0.014
11	<b>0.055</b>	0.031	<b>0.17</b>	0.020	0.016
12	0.032	0.081	<b>0.19</b>	0.048	0.037
13	<b>0.101</b>	0.054	<b>0.16</b>	0.030	0.022
14	<b>0.064</b>	0.046	<b>0.16</b>	0.026	0.019
15	<b>0.123</b>	0.030	<b>0.16</b>	0.019	0.014
16	<b>0.095</b>	0.067	<b>0.21</b>	0.050	0.020
17	<b>0.091</b>	0.064	<b>0.17</b>	0.041	0.025
19	0.041	0.042	<b>0.18</b>	0.025	0.015
20	0.049	0.091	<b>0.21</b>	0.056	0.033
21	0.016	0.050	<b>0.20</b>	0.028	0.016
22	<b>0.087</b>	0.067	<b>0.17</b>	0.045	0.027
23	0.060	0.276	<b>0.22</b>	0.146	0.034
24	<b>0.126</b>	0.060	<b>0.21</b>	0.027	0.024
25	<b>0.066</b>	0.054	<b>0.16</b>	0.032	0.019
26	<b>0.121</b>	0.043	<b>0.20</b>	0.025	0.019
27	0.020	0.095	<b>0.18</b>	0.064	0.025

Une régression multilinéaire a été effectuée afin de déterminer s'il existe une relation entre le seuil, le retrait final et les variables opératoires. La régression multilinéaire fournit la valeur des différents paramètres  $a_k$  du modèle décrit par l'Éq. V.2. En plus de la contribution de la température  $T$ , de la vitesse superficielle  $v$  et de l'humidité de l'air  $Y$ , le modèle comprend un terme indépendant.

$$y = a_1 + a_2 T + a_3 v + a_4 Y \quad (\text{V.2})$$

Le Tableau V.5 présente les résultats de la régression multilinéaire appliquée au seuil  $(W/W_0)_{\text{seuil}}$  et à  $(V/V_0)_{\text{final}}$ . À part une très légère influence de la température de l'air sur  $(V/V_0)_{\text{final}}$ , il n'est pas possible de mettre en évidence une influence des variables opératoires  $T$ ,  $v$  et  $Y$  sur les courbes de retrait. Une seule courbe sera donc retenue pour l'ensemble des essais.



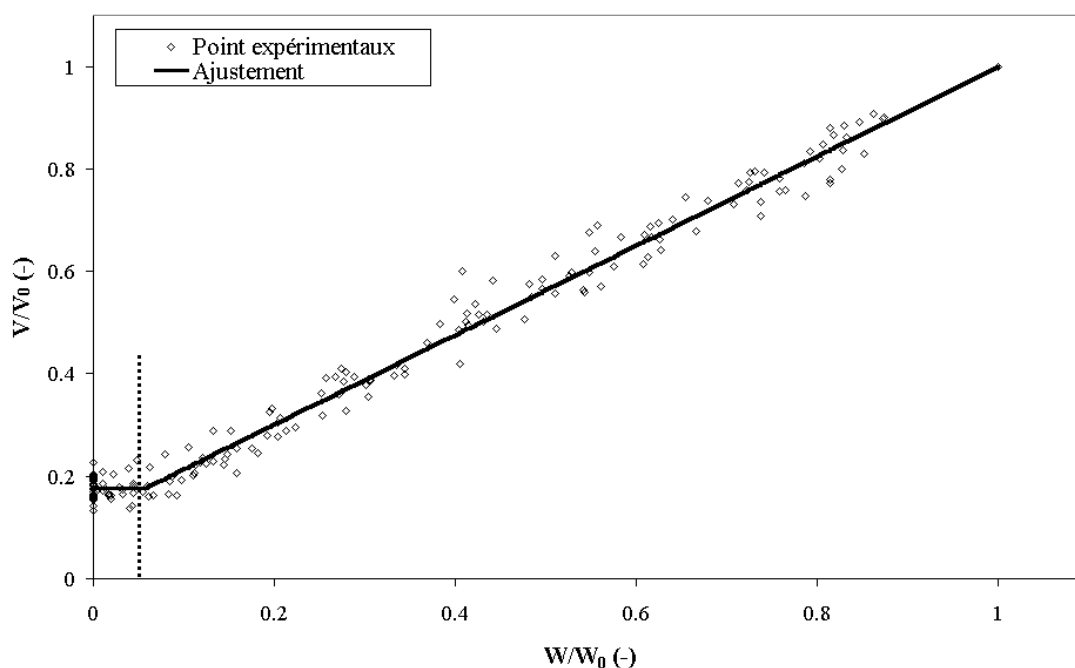
**Tableau V.5 : Paramètres de l'analyse de régression multilinéaire effectuée sur  $(W/W_0)_{seuil}$  et  $(V/V_0)_{final}$  – Retinne**

	Régression multilinéaire sur $(W/W_0)_{seuil}$ et $(V/V_0)_{final}$			
	$(W/W_0)_{seuil}$		$(V/V_0)_{final}$	
	Paramètres $a_k$	LC à 95%	Paramètres $a_k$	LC à 95%
Terme indépendant	$4.20 \cdot 10^{-2}$	$6.52 \cdot 10^{-2}$	<b><math>1.31 \cdot 10^{-1}</math></b>	$3.20 \cdot 10^{-2}$
Température	$1.43 \cdot 10^{-4}$	$4.83 \cdot 10^{-4}$	<b><math>2.82 \cdot 10^{-4}</math></b>	$2.36 \cdot 10^{-4}$
Vitesse	$-6.85 \cdot 10^{-3}$	$1.92 \cdot 10^{-2}$	$7.20 \cdot 10^{-3}$	$9.39 \cdot 10^{-3}$
Humidité	$1.09 \cdot 10^{-1}$	$1.13 \cdot 10^{-1}$	$-2.24 \cdot 10^{-3}$	$5.54 \cdot 10^{-2}$

La régression linéaire sur l'ensemble des points est représentée à la Figure V.5. Le seuil  $(W/W_0)_{seuil}$  vaut 0.564 pour un  $(V/V_0)_{final}$  de 0.176 (Tableau V.6)

**Tableau V.6 : Valeurs et limites de confiance à 95% de  $(W/W_0)_{seuil}$  et de  $(V/V_0)_{final}$  déterminées sur l'ensemble des essais - Boue de Retinne**

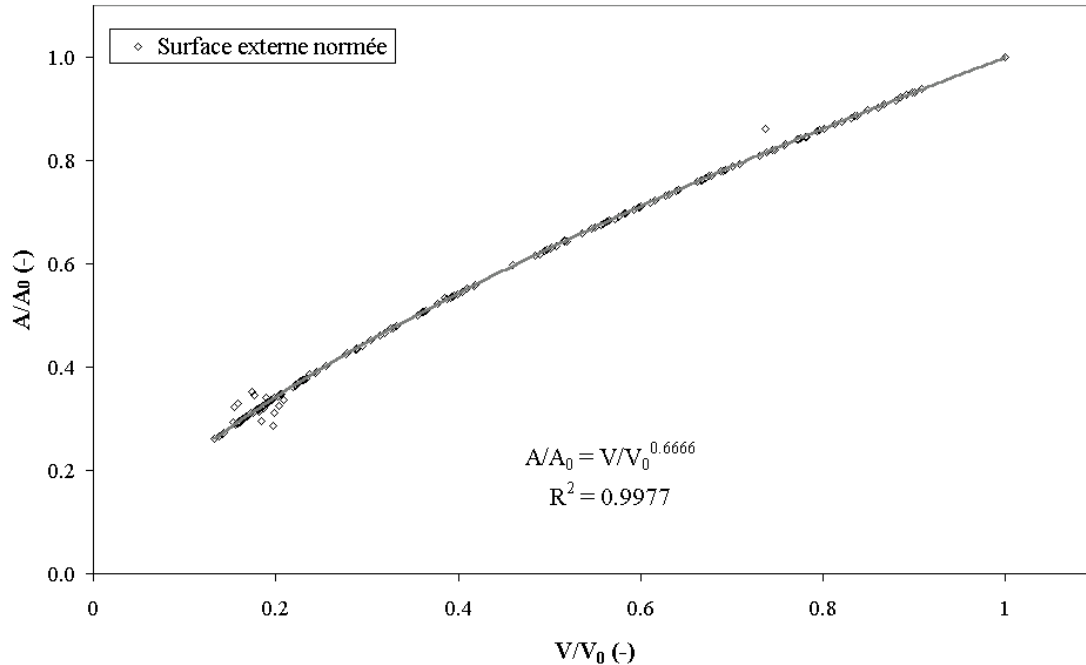
	$(W/W_0)_{seuil}$	$(V/V_0)_{final}$
Valeur obtenue par ajustement	0.0564	0.176
LC à 95%	0.0119	0.007



**Figure V.5 : Ensemble des données de retrait et courbe de retrait unique obtenue par ajustement – Retinne.**

Le tracé des courbes de Krischer (chap. II, § 4.) nécessite la connaissance de la surface externe de l'échantillon. La Figure V.6 représente cette surface externe (normée par la valeur initiale) calculée via les mesures tomographiques (chap. III, § 4.) en fonction de  $V/V_0$ . On constate que pendant toute la durée du retrait, les réductions de

surface externe et de volume sont liées par une loi de puissance, dont l'exposant vaut  $2/3$  :  $A/A_0 = (V/V_0)^{0.666}$ . Cette relation est attendue pour des échantillons présentant un retrait isotrope. La surface externe des échantillons peut donc être déterminée à partir de la courbe de retrait unique.



**Figure V.6 :** Évolution de la surface externe normée par sa valeur initiale  $A/A_0$  en fonction de  $V/V_0$  pour l'ensemble des essais réalisés sur la boue de Retinne.

Le caractère isotrope du retrait est confirmé par la Figure V.7 dans le cas de l'essai 1. En effet, les évolutions du diamètre équivalent (chap. III, § 4.4.2.2.) et de la hauteur de l'échantillon normés par leurs valeurs initiales en fonction de  $W/W_0$  sont pratiquement identiques.

Les barres d'erreur sur la Figure V.7 reflètent la grande homogénéité des mesures de diamètre et de hauteur que l'on peut obtenir en balayant l'échantillon de haut en bas (diamètre) ou en examinant l'échantillon sous différents angles (hauteur). La Figure V.8 confirme cette homogénéité. Elle montre, pour différentes valeurs de  $W/W_0$ , comment évolue le diamètre équivalent avec la position dans l'échantillon (sens de la hauteur). On remarque que l'extrusion permet d'obtenir un échantillon dont le diamètre équivalent est le même sur toute la hauteur ( $W/W_0 = 1$ ). En fin de séchage ( $W/W_0 = 0$ ), on constate que les valeurs de diamètre équivalent sont plus dispersées ce qui est sans doute le signe que l'échantillon est déformé en raison du phénomène de fissuration. Le nombre de sections qui peuvent être analysées lors de la tomographie diminue au fur et à mesure que les interruptions se répètent mais on peut néanmoins considérer que les grandeurs moyennes mesurées sur un nombre fini de sections sont représentatives de tout l'échantillon.

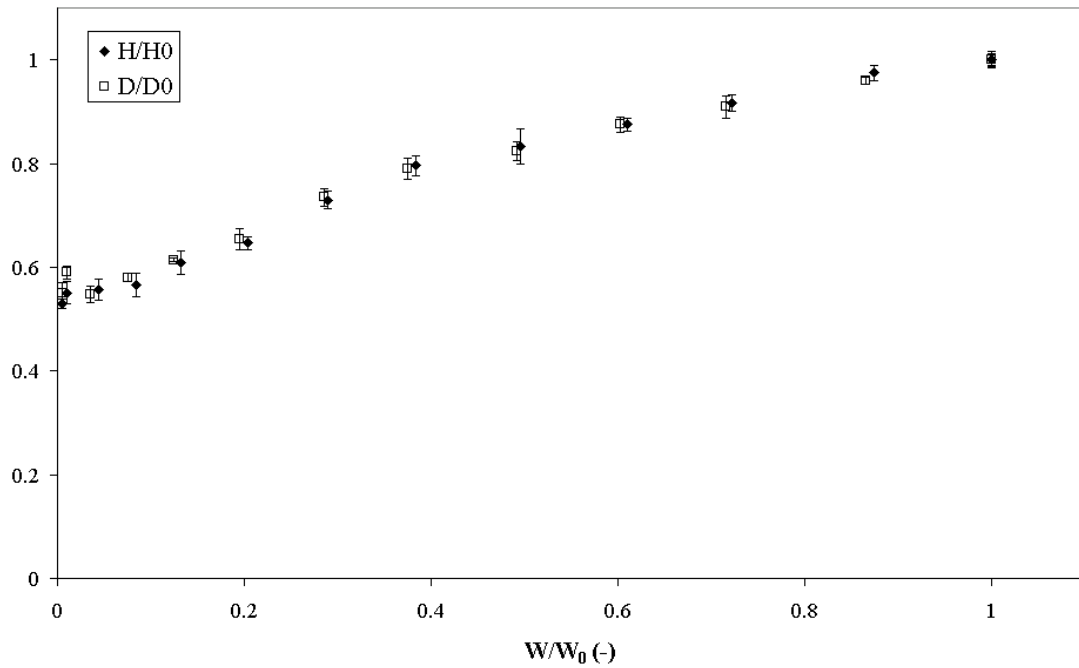


Figure V.7 : Évolution de la hauteur et du diamètre équivalent normés par leurs valeurs initiales en fonction de  $W/W_0$  – Essai 1 - Retinne. Les points sont légèrement décalés pour faciliter la lecture.

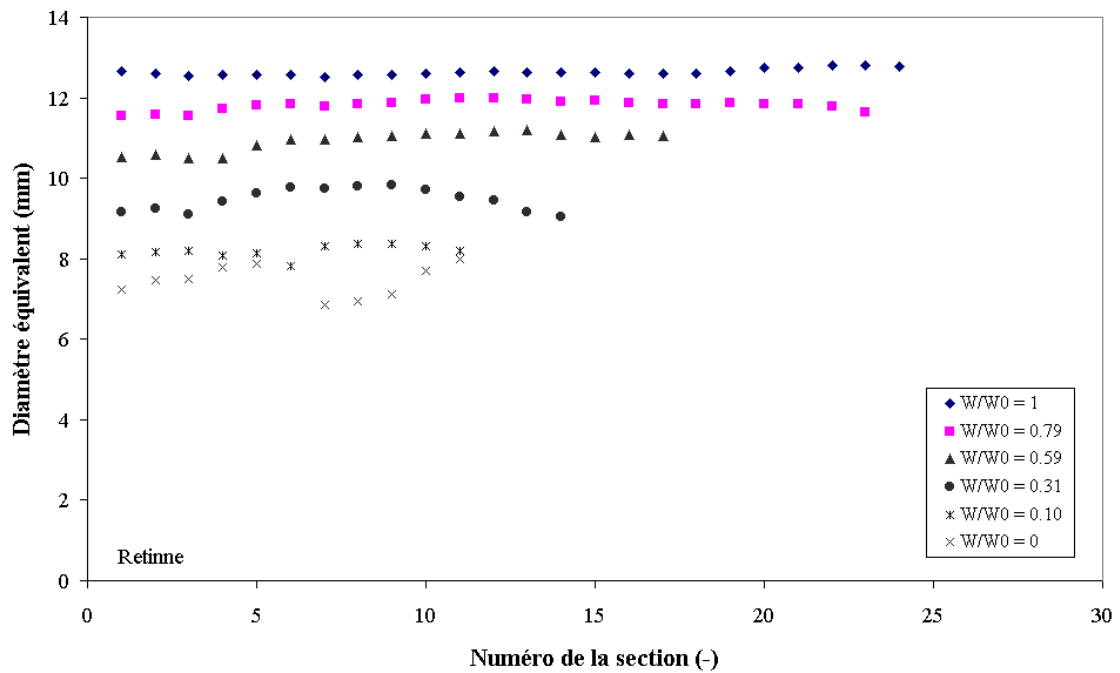


Figure V.8 : Évolution du diamètre équivalent en fonction de la position de la section droite de l'échantillon (sens de la hauteur) – Essai 1 - Retinne.

## 2.2. Boue d'Embourg

Les essais 7 et 9 mis à part, les courbes de retrait ont été déterminées pour les différents points du plan expérimental. Comme pour les échantillons de Retinne, on peut distinguer une zone de retrait linéaire suivie par un plateau correspondant au retrait final. Le Tableau V.7 montre qu'un seuil significativement différent de zéro a été détecté pour 14 essais sur 25. On remarque qu'en moyenne le volume final est plus élevé dans ce cas ( $(V/V_0)_{\text{final}} = 0.317$ ) que pour Retinne ( $(V/V_0)_{\text{final}} = 0.179$ ). Le retrait final n'est pas significativement différent de zéro pour les essais 4, 8, 16, 17 et 26.

**Tableau V.7 : Valeurs, limites de confiance à 95% et EQM obtenues lors de la détermination du seuil en dessous duquel le retrait cesse et de  $(V/V_0)_{\text{final}}$  – Boue d'Embourg**

Numéro de l'essai	$(W/W_0)_{\text{seuil}}$	LC à 95%	$(V/V_0)_{\text{final}}$	LC à 95%	EQM
1	0.034	0.076	<b>0.24</b>	0.046	0.029
2	<b>0.038</b>	0.025	<b>0.27</b>	0.013	0.010
3	<b>0.135</b>	0.041	<b>0.28</b>	0.020	0.018
4	0.090	$\infty$	0.29	$\infty$	0.041
5	<b>0.100</b>	0.036	<b>0.25</b>	0.019	0.017
6	0.056	0.071	<b>0.22</b>	0.053	0.024
8	<b>0.120</b>	$\infty$	0.30	$\infty$	0.031
10	<b>0.067</b>	0.034	<b>0.35</b>	0.013	0.009
11	0.061	0.074	<b>0.39</b>	0.032	0.024
12	<b>0.119</b>	0.053	<b>0.38</b>	0.024	0.018
13	<b>0.081</b>	0.072	<b>0.32</b>	0.037	0.027
14	0.030	0.034	<b>0.29</b>	0.019	0.011
15	<b>0.077</b>	0.026	<b>0.36</b>	0.012	0.009
16	0.002	LC>100	0.26	LC>100	0.027
17	0.004	LC>100	0.26	LC>100	0.032
18	0.011	0.059	<b>0.30</b>	0.026	0.024
19	<b>0.073</b>	0.050	<b>0.35</b>	0.024	0.018
20	<b>0.179</b>	0.145	<b>0.39</b>	0.059	0.051
21	<b>0.136</b>	0.065	<b>0.42</b>	0.026	0.023
22	<b>0.118</b>	0.047	<b>0.32</b>	0.022	0.016
23	<b>0.073</b>	0.051	<b>0.37</b>	0.021	0.016
24	<b>0.102</b>	0.069	<b>0.35</b>	0.026	0.022
25	0.005	0.108	<b>0.28</b>	0.060	0.037
26	0.001	LC>100	0.36	LC>100	0.048
27	0.045	0.051	<b>0.34</b>	0.021	0.018

La confrontation des courbes expérimentales et des courbes correspondant à un retrait idéal indique que le caractère idéal du retrait ne perdure pas jusqu'à la fin de la zone linéaire. On peut en effet constater que le volume mesuré expérimentalement est supérieur à celui correspondant au retrait idéal, signe du développement d'une porosité

au sein du solide. Cette déviation par rapport à un retrait idéal s'observe pour des valeurs de  $W/W_0$  inférieures à environ 0.3.

Les résultats de l'analyse de régression multilinéaire appliquée au seuil et au volume final figurent dans le Tableau V.8. Ce tableau montre qu'il n'existe aucune relation entre le seuil à partir duquel le retrait cesse et les variables opératoires. Le volume final  $(V/V_0)_{\text{final}}$  est quant à lui principalement influencé par la température et l'humidité de l'air. C'est l'influence de la température qui est la plus marquée, ainsi qu'en témoignent les valeurs des variables en  $t a_k/s_{ak}$ ,  $s_{ak}$  étant l'écart standard du paramètre  $a_k$ . Ces deux valeurs sont supérieures à la valeur de référence correspondant au seuil de signification  $\alpha = 0.95$  : 2.0796.

**Tableau V.8 : Paramètres de l'analyse de régression multilinéaire effectuée sur  $(W/W_0)_{\text{seuil}}$  et sur  $(V/V_0)_{\text{final}}$  - Boue d'Embourg**

	Régression multilinéaire sur $(W/W_0)_{\text{seuil}}$ et sur $(V/V_0)_{\text{final}}$				
	$(W/W_0)_{\text{seuil}}$		$(V/V_0)_{\text{final}}$		
	Paramètres $a_k$	LC à 95%	Paramètres $a_k$	LC à 95%	$a_k/s_{ak}$
Terme indépendant	$3.86 \cdot 10^{-2}$	$7.62 \cdot 10^{-2}$	<b><math>1.58 \cdot 10^{-1}</math></b>	$6.15 \cdot 10^{-2}$	<b>5.34</b>
Température	$2.63 \cdot 10^{-4}$	$5.58 \cdot 10^{-4}$	<b><math>1.24 \cdot 10^{-3}</math></b>	$4.50 \cdot 10^{-4}$	<b>5.73</b>
Vitesse	$1.49 \cdot 10^{-2}$	$2.14 \cdot 10^{-2}$	$1.58 \cdot 10^{-2}$	$1.72 \cdot 10^{-2}$	1.91
Humidité	$-2.00 \cdot 10^{-1}$	$1.30 \cdot 10^{-1}$	<b><math>-1.69 \cdot 10^{-1}</math></b>	$1.05 \cdot 10^{-1}$	<b>-3.34</b>

Les Figures V.9 et V.10 illustrent l'effet de la température sur le retrait. Dans les deux cas, on observe clairement que le retrait est moins important lorsque la température passe de 80°C (◆) à 120°C (■). Le passage de 120°C (■) à 164°C (▲) induit une faible diminution du retrait sur la Figure V.9, aucune différence ne pouvant être constatée entre les deux courbes sur la Figure V.8. Cette observation est probablement liée à un phénomène de durcissement et de croûtage : au-delà de 120°C, l'augmentation de température provoque la formation d'une couche externe sèche qui entrave le retrait.

L'influence de l'humidification de l'air est présentée à la Figure V.11. Elle est un peu moins marquée mais est conforme aux résultats de la régression multilinéaire : le volume final diminue lorsque l'humidité de l'air augmente. Cette évolution peut également être liée au phénomène de croûtage qui est ralenti lorsque l'humidité augmente.

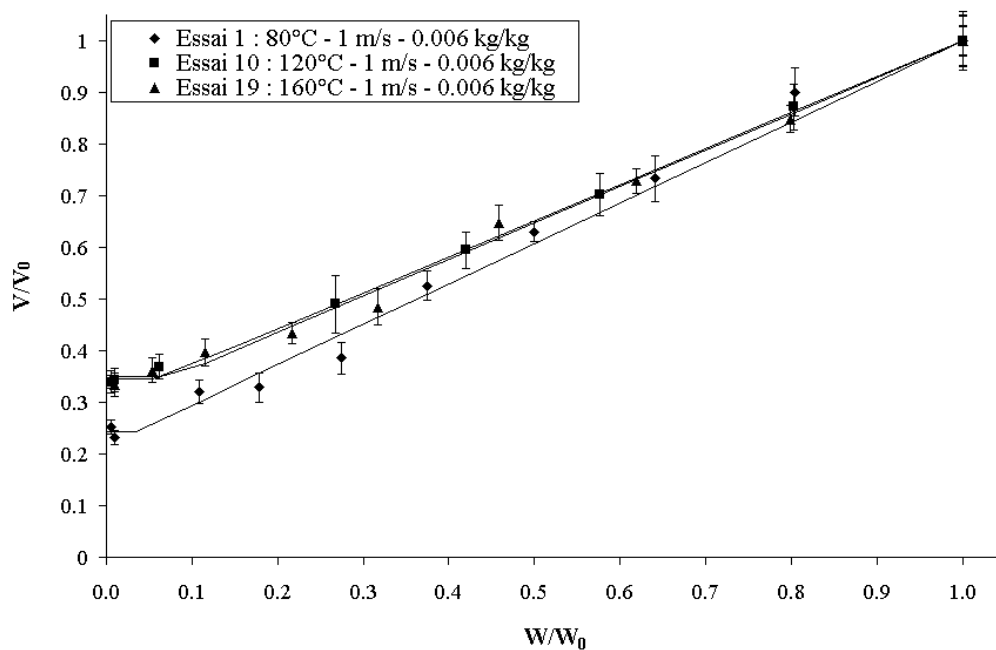


Figure V.9 : Influence de la température de l'air sur le retrait, essais 1, 10 et 19 - Embourg.

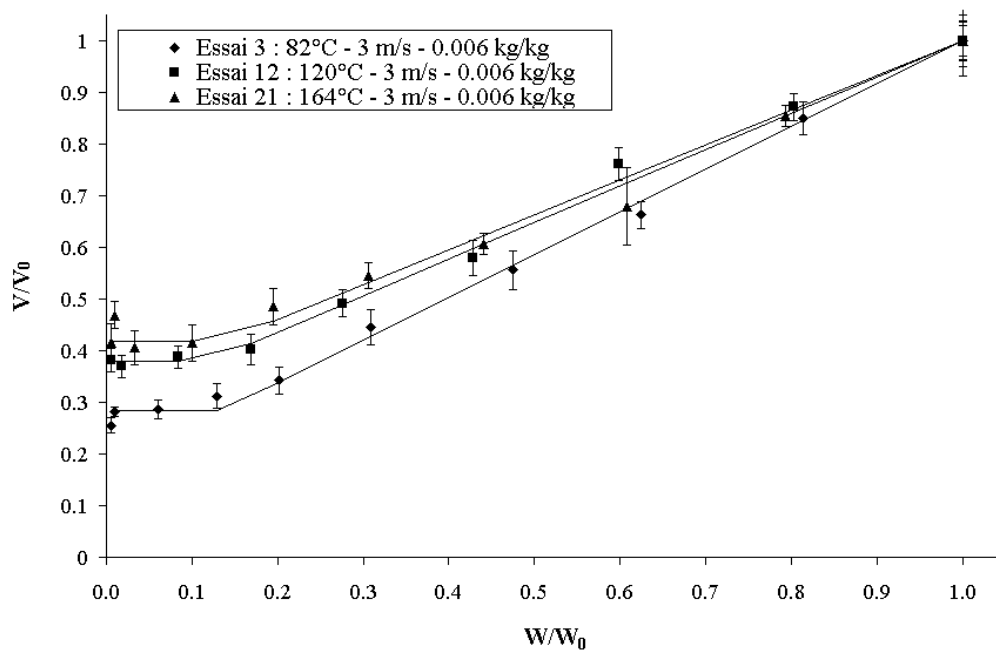


Figure V.10 : Influence de la température de l'air sur le retrait, essais 3, 12 et 21 - Embourg.

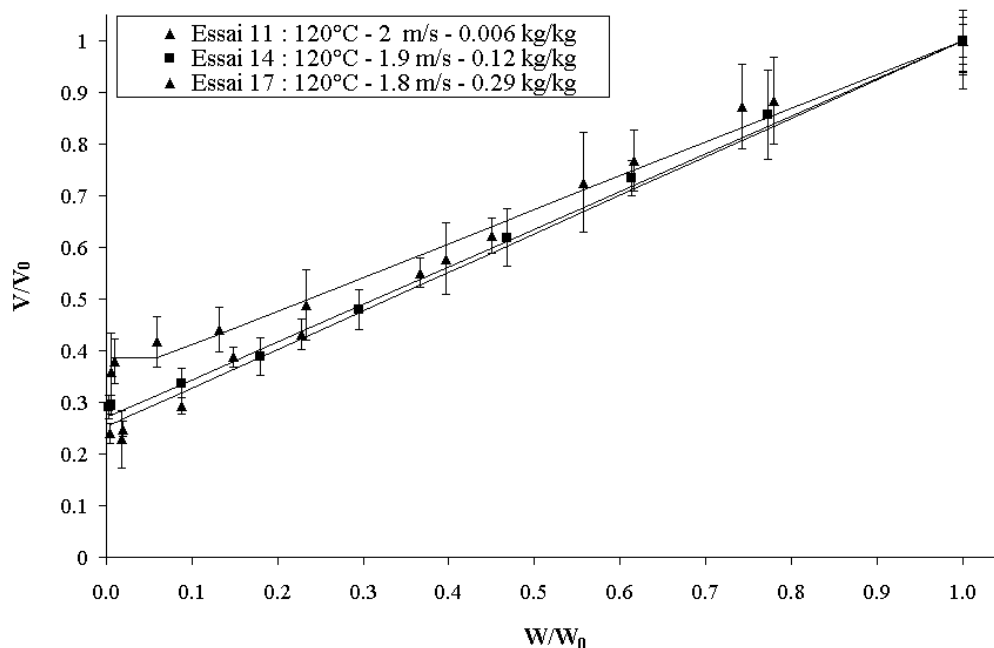


Figure V.11 : Influence de l'humidité de l'air sur le retrait, essais 11, 14 et 17 - Embourg.

Vu les influences significatives de la température et de l'humidité sur le retrait, il n'est plus possible d'adopter une courbe de retrait unique pour tous les essais comme cela a été effectué pour Retinne. La Figure V.12 reprend toutes les données de retrait obtenues sur les échantillons de boue d'Embourg. On remarque bien que les points sont plus dispersés que pour Retinne (cf. Figure V.4), particulièrement lorsqu'on s'approche de la fin du séchage.

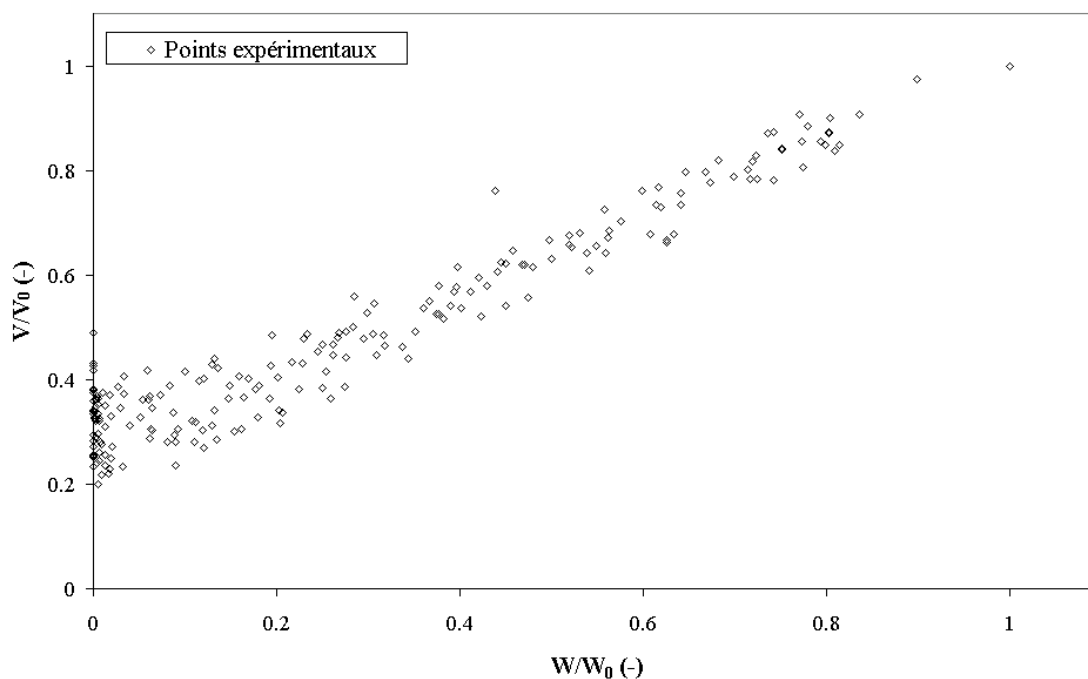


Figure V.12 : Ensemble des données de retrait – Embourg.

Le calcul de la surface externe doit également s'effectuer pour chaque essai en particulier. La Figure V.12 montre que l'évolution de la surface externe suit la même dépendance vis-à-vis du volume pour les échantillons d'Embourg que pour ceux de Retinne, c'est-à-dire une loi de puissance dont l'exposant vaut  $2/3$  :  $A/A_0 = (V/V_0)^{0.664}$ . Le retrait est donc également isotrope pour les échantillons d'Embourg.

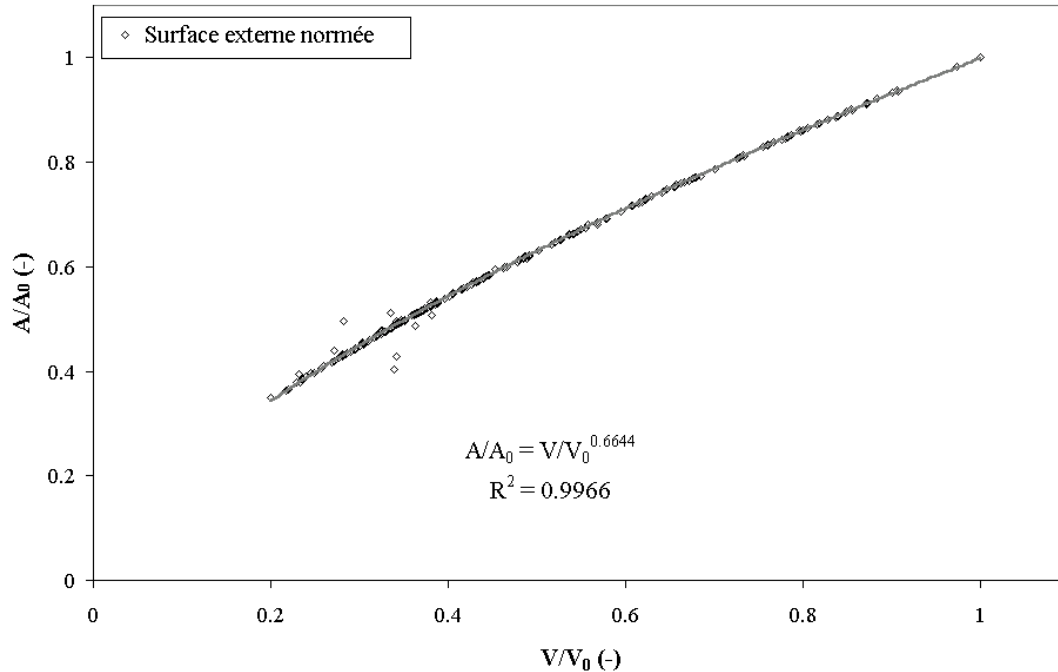


Figure V.13 : Évolution de la surface externe normée par sa valeur initiale en fonction de  $V/V_0$  pour l'ensemble des essais réalisés sur la boue de Embourg.

### 2.3. Synthèse

L'analyse des courbes de retrait met en évidence à la fois des similitudes et des différences de comportement des deux boues. Les boues de Retinne et d'Embourg présentent toutes deux un retrait isotrope caractérisé par une longue zone linéaire suivie d'un plateau correspondant au volume final. La zone linéaire correspond à un retrait idéal pour Retinne, alors que le retrait est ralenti pour Embourg à partir de  $W/W_0 \cong 0.3$ . Le volume final (valeur du plateau) est d'ailleurs en moyenne plus faible pour Retinne ( $(V/V_0)_{\text{final}} = 0.179$ ) que pour Embourg ( $(V/V_0)_{\text{final}} = 0.317$ ).

Le retrait peut être considéré indépendant des variables opératoires dans le cas de Retinne et une courbe de retrait unique peut être déterminée. Pour Embourg en revanche, le retrait est plus rapidement freiné par un probable phénomène de durcissement-croûtage qui est sensible à la température et à l'humidité de l'air. Il n'est alors pas possible d'adopter une courbe de retrait unique pour tous les essais de séchage effectués sur la boue d'Embourg.

En ce qui concerne le tracé des courbes de Krischer, la surface externe de l'échantillon peut être déterminée à partir de la courbe de retrait unique pour Retinne alors que chaque essai doit être considéré de manière séparée pour Embourg.



### 3. La cinétique de séchage

Dans un souci de clarté, les résultats obtenus pour chaque boue sont présentés de manière séparée. La première boue considérée est celle de Retinne et fait l'objet d'explications détaillées. Lors du passage aux résultats relatifs à la boue d'Embours, les similitudes ou les différences avec la première boue sont mises en évidence.

Pour rappel, les courbes de flux matériel sont calculées à partir des données de séchage et du calcul de la surface externe de l'échantillon obtenue par microtomographie.

Des tests de reproductibilité préliminaires effectués sur les deux types de boue permettent de calculer un écart-type global valable pour chaque point d'une courbe de séchage. La procédure utilisée est la même qu'au paragraphe 4.1.1. du chapitre IV. L'écart standard sur le flux exprimé en  $\text{kg/m}^2\text{s}$  est estimé à  $\pm 0.00006$ .

#### 3.1. Boue de Retinne

La Figure V.14 montre le type de courbe de flux obtenu pour les essais effectués à partir des gâteaux de boue de Retinne.

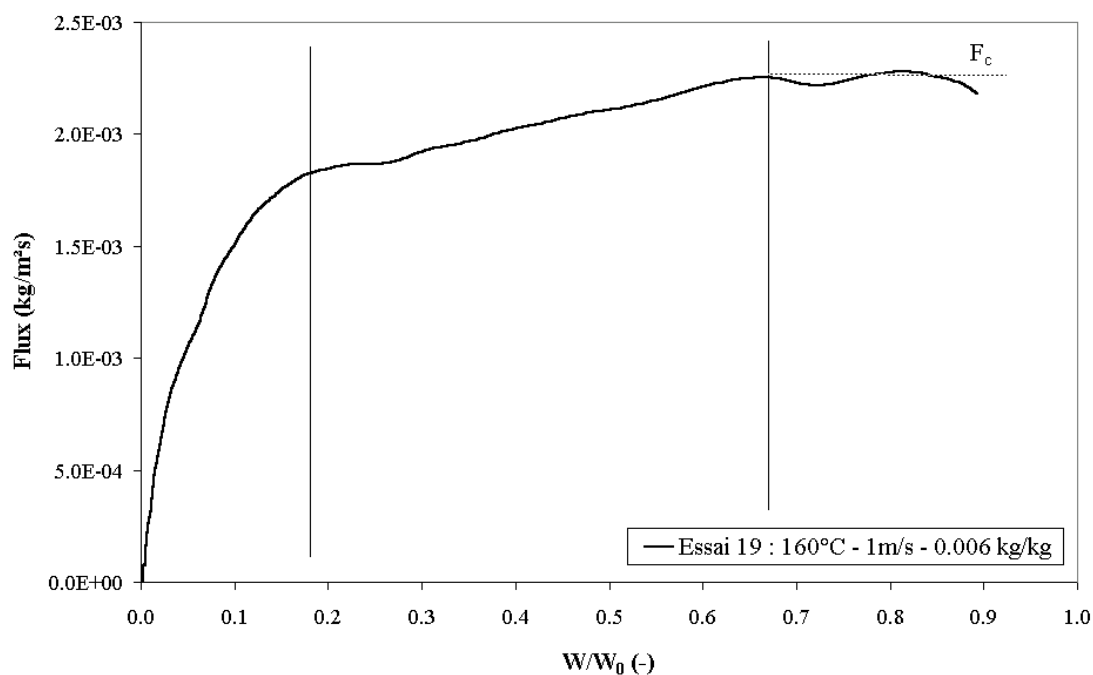


Figure V.14 : Courbe de flux matériel – Retinne.

Les barres verticales subdivisent la courbe entre trois zones distinctes : de la droite vers la gauche, on peut observer un plateau à flux constant  $F_c$ , suivi d'une première phase de décroissance modérée et d'une deuxième phase de décroissance plus prononcée. L'allure et la concavité des courbes correspondent à une courbe de type D dans la classification de Sherwood (chap. II, § 4.2.). Cette forme est caractéristique d'un séchage majoritairement contrôlé par les transferts extragranulaires. Le plateau est

typique d'un transfert exclusivement contrôlé par des résistances extragranulaires. Ceci doit être confirmé par l'influence des conditions opératoires sur la cinétique.

### 3.1.1. Influence de la vitesse superficielle de l'air

Les Figures V.15 à V.18 montrent l'influence de la vitesse superficielle de l'air pour les trois températures du plan expérimental (80, 120 et 160°C). Pour les Figures V.15 à V.17 l'air est à humidité ambiante (environ 0.006 kg/kg), alors que la Figure V.18 correspond à des essais avec un air humidifié à 160°C ( $Y \cong 0.2$  kg/kg). Dans les quatre cas, on observe globalement une influence de la vitesse superficielle de l'air sur le flux de matière. Si on se situe au palier de ces courbes, le flux de séchage  $F_c$  augmente nettement avec la vitesse superficielle de l'air. Cette augmentation est clairement la preuve de limitations extragranulaires. Le flux de séchage est lié au coefficient de transfert de matière  $k$  (Éq. V.3) qui augmente avec la vitesse superficielle de l'air (Ratti, 1994). En dessous du palier, les courbes de flux commencent à se rapprocher et l'influence de la vitesse superficielle de l'air devient moins nette.

$$F_c = k\rho_a (Y_{\text{sat}}(T_h) - Y_a) \quad (\text{V.3})$$

Sur les Figures V.15, V.16 et V.17 correspondant aux essais effectués avec de l'air à humidité ambiante, on observe un seuil,  $W/W_0 \cong 0.02$  à  $0.05$  indiqué par une barre verticale, en dessous duquel les courbes se superposent. Le flux est alors indépendant de la vitesse superficielle de l'air. Le processus est entièrement contrôlé par des limitations diffusionnelles intragranulaires. Cette observation est moins nette sur la Figure V.15 correspondant aux essais réalisés à 80°C en raison de l'imprécision des courbes en dessous de  $W/W_0 \cong 0.2$ . On remarque d'ailleurs que les courbes correspondant aux séchages à la plus basse température sont moins lisses et plus bruitées. Ceci peut être lié à la lenteur de la cinétique à cette température : les pertes de masse enregistrées en fin de séchage sont du même ordre de grandeur que la précision de la balance.

Aucune superposition nette des courbes n'est constatée sur les séchages effectués avec un air humidifié (Figure V.18). La vitesse superficielle maintient une influence sur la cinétique pratiquement jusqu'à la fin du séchage. Vu les remarques faites sur les difficultés de régulation de l'humidité de l'air, ces observations doivent toutefois être considérées avec une certaine réserve.

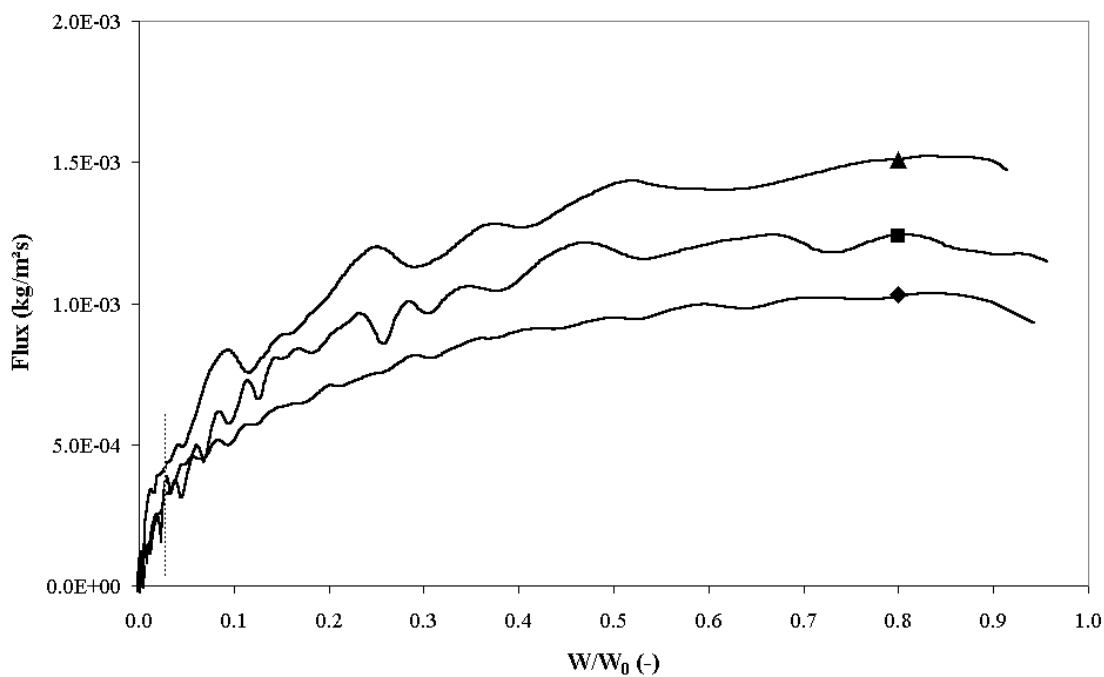


Figure V.15 : Influence de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 1 : 80°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 2 : 80°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 3 : 80°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (▲) - Retinne.

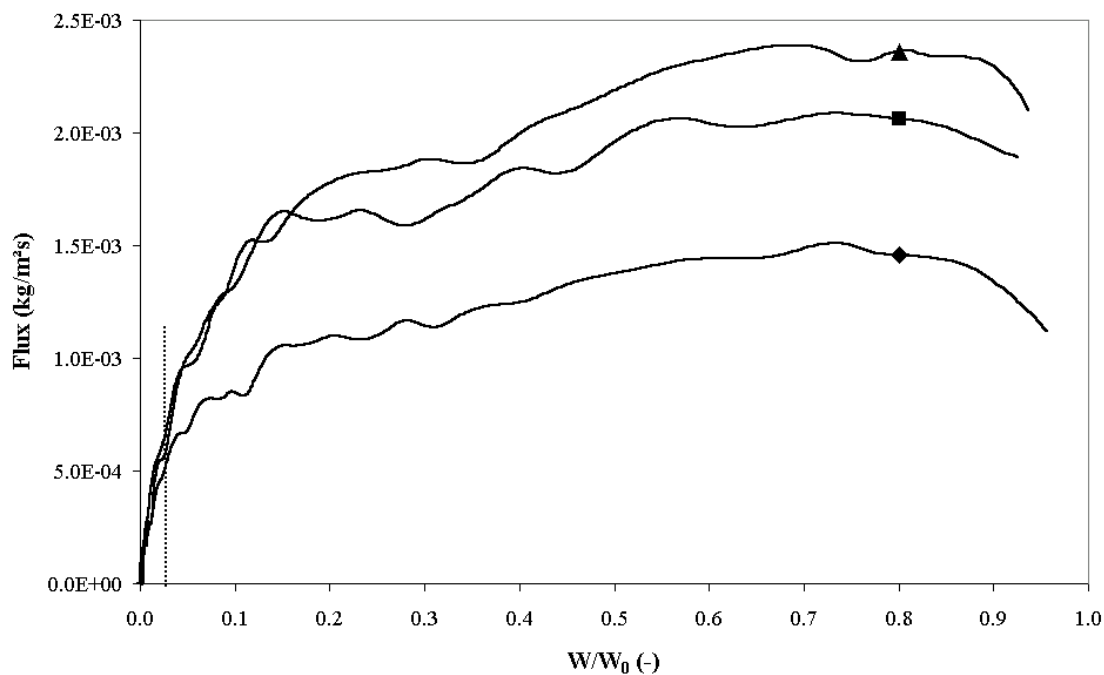
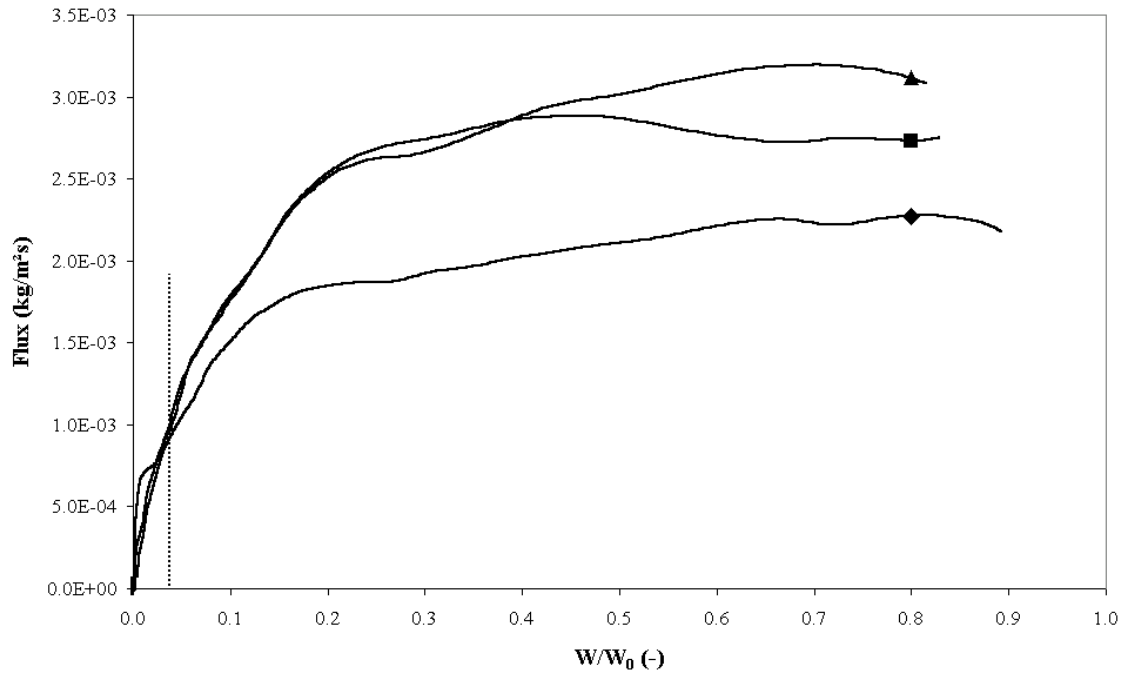
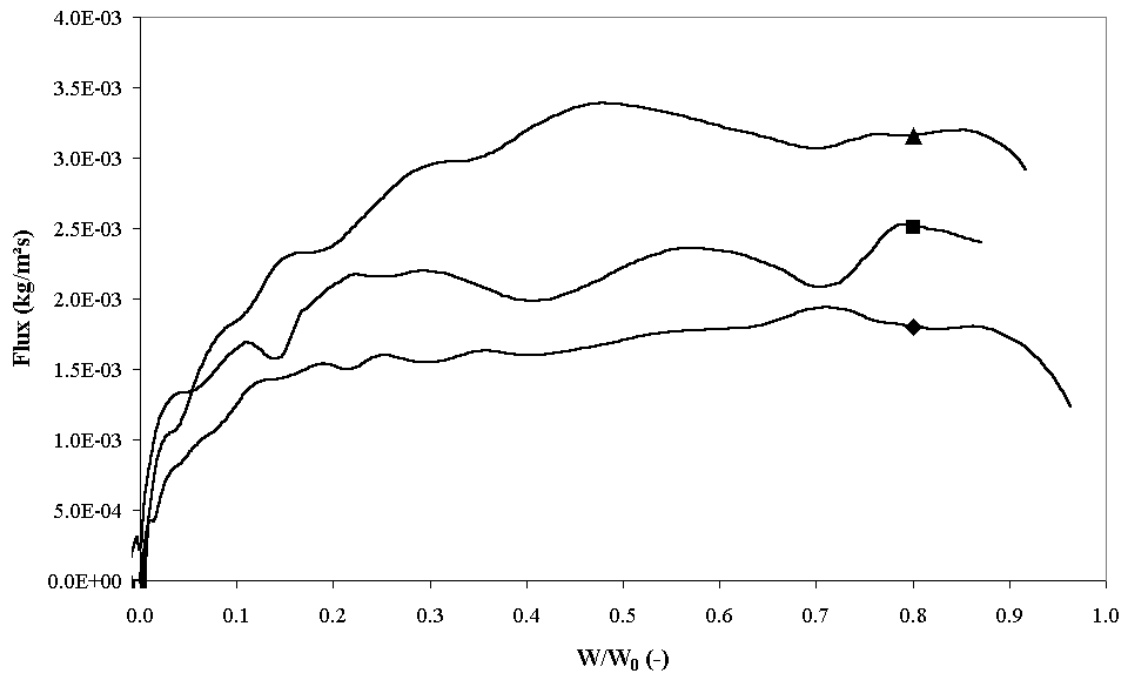


Figure V.16 : Influence de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 10 : 120°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 11 : 120°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 12 : 120°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (▲) - Retinne.



**Figure V.17 : Influence de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 19 : 160°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 20 : 160°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 21 : 160°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (▲) - Retinne.**



**Figure V.18 : Influence de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 22 : 160°C – 1.06 m/s – 0.15 kg/kg (◆), essai 23 : 160°C – 2.13 m/s – 0.20 kg/kg (■) et essai 24 : 160°C – 3 m/s – 0.15 kg/kg (▲) - Retinne.**

L'importance relative des résistances extragranulaires et intragranulaires est reliée à la grandeur d'un nombre sans dimension, le nombre de Biot matériel. Plus le

nombre de Biot est grand, plus les résistances intragranulaires sont importantes par rapport aux résistances extragranulaires.

Classiquement le nombre de Biot matériel est défini par l'Éq. V.4 dans laquelle  $k$  (m/s) est le coefficient de transfert de matière,  $L$  (m) la dimension caractéristique et  $D$  (m<sup>2</sup>/s) le coefficient de diffusion. La dimension caractéristique  $L$  est le diamètre de la sphère qui possède la même surface externe que l'échantillon. Le coefficient de transfert de matière  $k$  est une fonction croissante de la vitesse superficielle. Le nombre de Biot matériel suit donc la même évolution. Le plus grand recouvrement des courbes que l'on observe sur les Figures V.16 (essais 11 ■ et 12 ▲) et V.17 (essais 20 ■ et 21 ▲) pourrait être lié à une apparition plus précoce de résistances intragranulaires lorsque la vitesse et par conséquent le nombre de Biot matériel augmentent.

$$Bi_m = \frac{kL}{D} \quad (V.4)$$

La définition classique du Biot matériel ne tient pas compte de l'effet de l'humidité relative de l'air. En effet, cette écriture correspond à un transfert pour lequel on a une continuité de phase entre la couche limite et le solide. Dans le cas du séchage d'un solide saturé en eau, le transfert d'eau s'effectue en phase liquide jusqu'à la surface du solide. A l'interface, il règne une certaine pression partielle en vapeur d'eau qui dépend à la fois de la température et de la teneur en eau à la surface du matériau. Dans la couche limite, le potentiel moteur au transfert est un gradient de teneur en humidité de l'air (ou pression partielle de vapeur d'eau). L'écriture du Biot nécessite donc de prendre en compte la relation d'équilibre de surface, qui est en fait liée à l'isotherme de désorption.

Différents auteurs ont utilisé des écritures du nombre de Biot tenant compte de l'humidité. L'Éq. V.5 dans laquelle  $\alpha$  est la pente de l'isotherme de désorption (linéarisations successives) et  $\rho_s$  la masse volumique du solide est proposée par Ratti (1994). L'Éq. V.6 est utilisée par Liu et al. (1997).  $W_s$  est la teneur en eau à la surface de l'échantillon,  $W_{eq}$  est la teneur en eau de l'échantillon à l'équilibre avec l'air de séchage,  $T_a$  est la température de l'air,  $T_i$  est la température de surface de l'échantillon,  $P_e$  est la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air et  $P_i$  est la pression partielle de vapeur d'eau à l'interface matériau humide-air.

$$Bi_m = \frac{kL}{\alpha \rho_s D} \quad (V.5)$$

$$Bi_m = \frac{Lk}{D\rho_s} \left( \frac{P_i(T_a + 273.15)}{(T_i + 273.15)} - P_e \right) (W_s - W_{eq}) \quad (V.6)$$

Ces auteurs montrent que le nombre de Biot diminue lorsque l'humidité de l'air augmente. Or la diminution du nombre de Biot indique une diminution des résistances

intragranulaires au transfert. Ceci peut expliquer qu'on ne constate pas de recouvrement entre les courbes de flux matériel pour les séchages effectués avec un air humidifié et que les résistances extragranulaires sont limitantes pendant la majorité du séchage.

### 3.1.2. Influence de la température de l'air

Les Figures V.19 à V.23 illustrent l'effet de la température sur la cinétique de séchage. Les Figures V.19 à V.21 correspondent à des séchages utilisant de l'air à humidité ambiante, les Figures V.22 et V.23 de l'air humidifié. Pour les cinq cas illustrés, on observe que la valeur du flux au palier augmente avec la température. Cette augmentation du flux est liée à l'augmentation du potentiel de transfert : lorsque la température augmente, la température humide augmente également ce qui a pour effet un accroissement de la valeur en humidité de l'air à l'interface  $Y_{\text{sat}}(T_h)$ .

La température possède une influence sur le flux matériel depuis le départ du séchage jusque des valeurs de  $W/W_0$  pratiquement nulles.

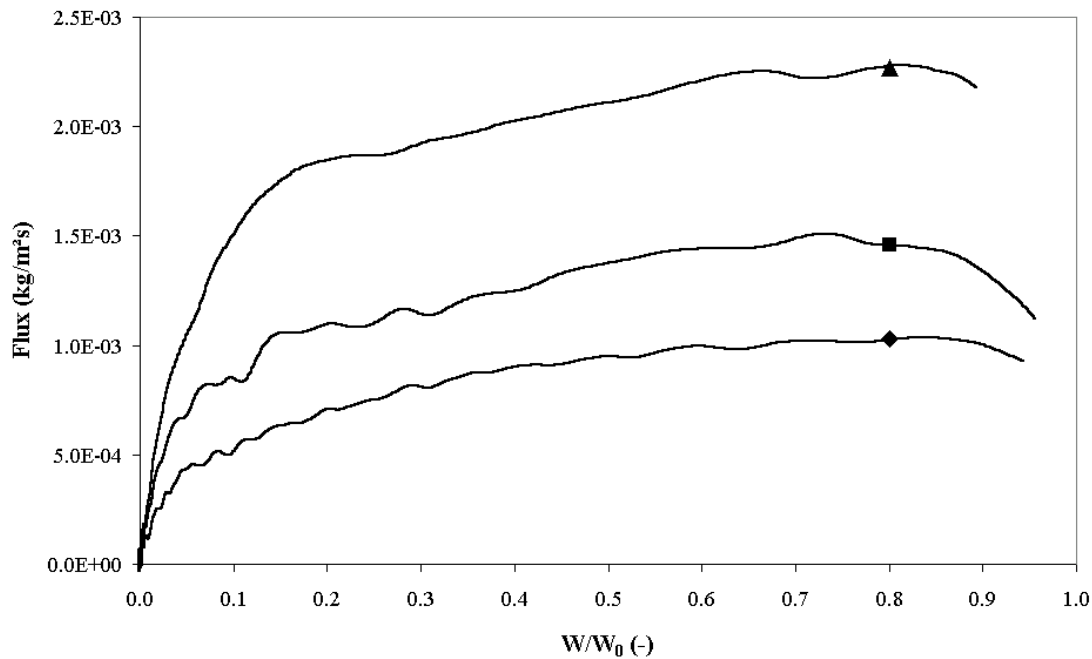


Figure V.19 : Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 1 : 80°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 10 : 120°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 19 : 160°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (▲) - Retinne.

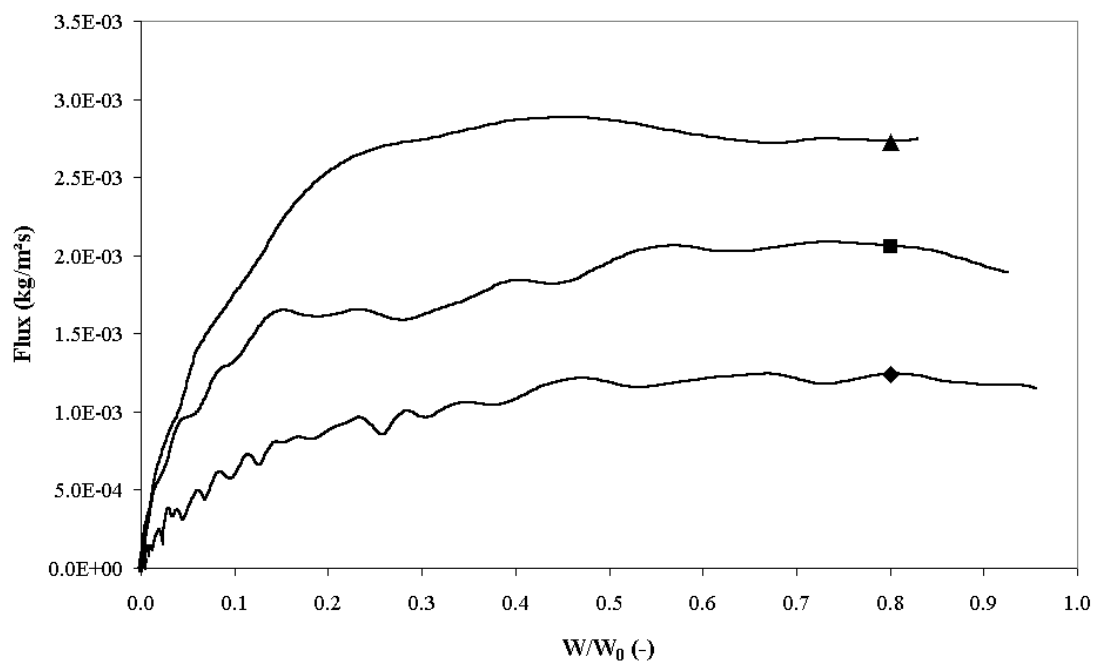


Figure V.20 : Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 2 : 80°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 11 : 120°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 20 : 160°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (▲) – Retinne.

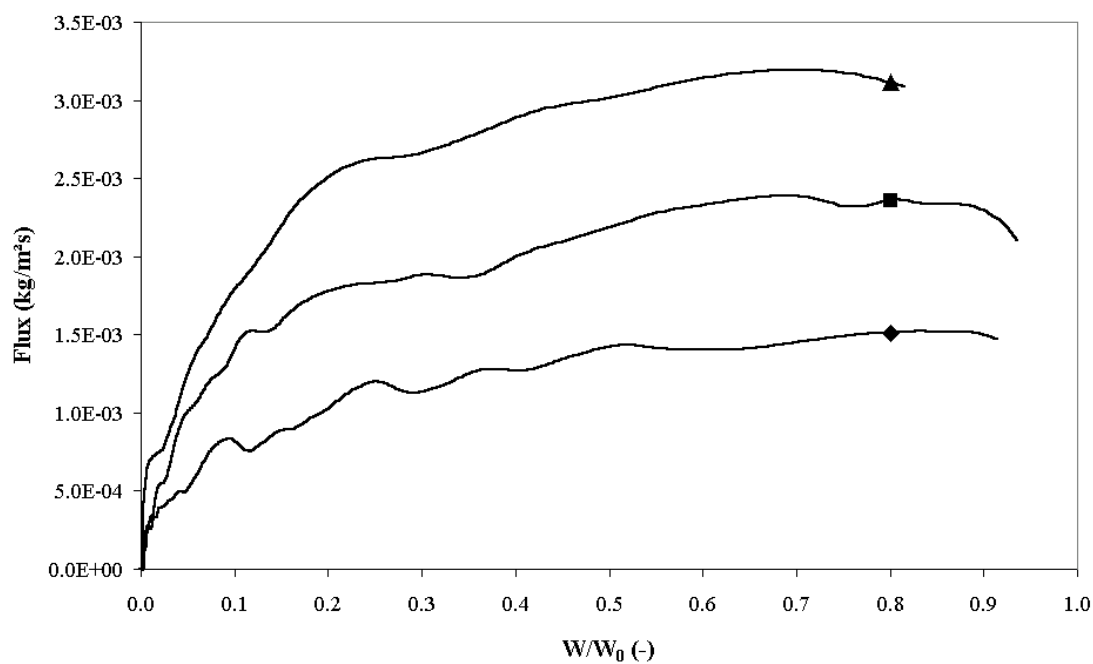


Figure V.21 : Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 3 : 80°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 12 : 120°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 21 : 160°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (▲) – Retinne.

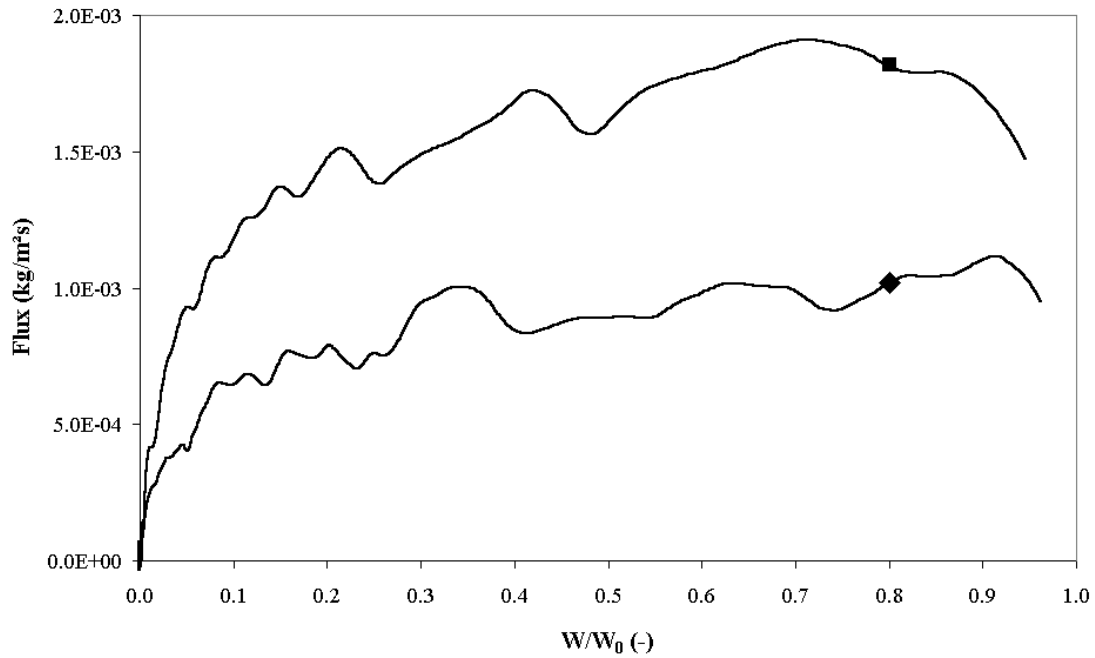


Figure V.22 : Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 16 : 118°C – 0.98 m/s – 0.38 kg/kg (◆) et essai 25 : 161°C – 0.90 m/s – 0.31 kg/kg (■) - Retinne.

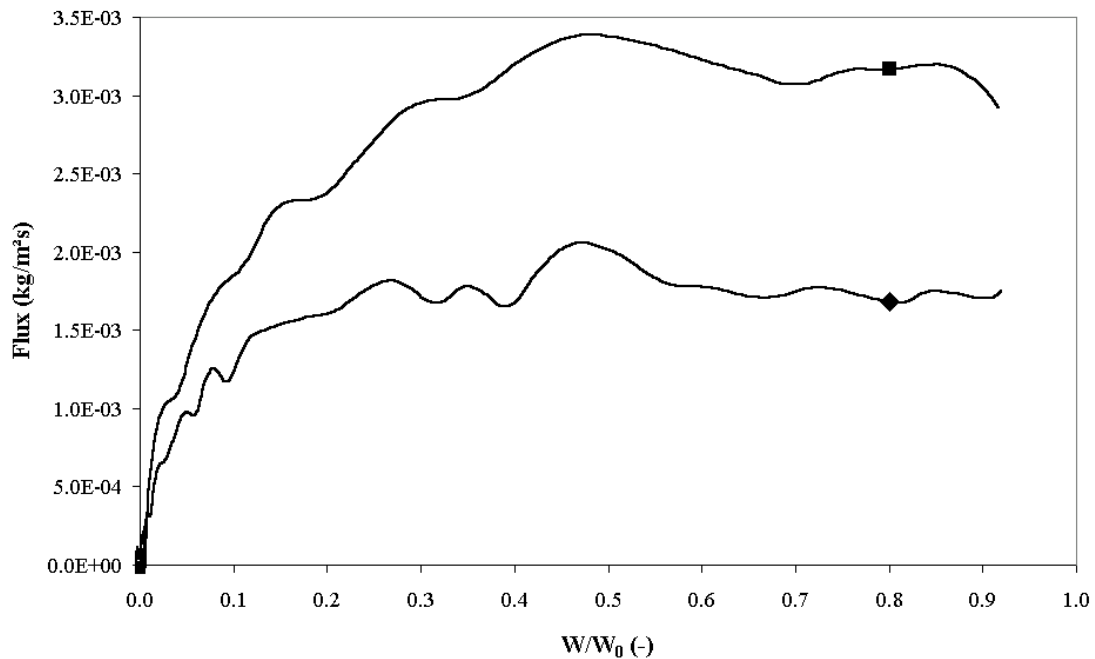


Figure V.23 : Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 15 : 119°C – 2.9 m/s – 0.13 kg/kg (◆) et essai 24 : 160°C – 3 m/s – 0.15 kg/kg (■) - Retinne.

On n'observe pas de recouvrements tels qu'observés lors de l'analyse de l'effet de l'augmentation de la vitesse superficielle (cf. Figures V.16 et V.17). L'effet de la température sur le nombre de Biot est complexe car elle peut jouer à la fois sur les propriétés de l'air qui apparaissent dans les nombres adimensionnels et sur le coefficient



de diffusion. La température a une influence le plus souvent négligeable sur le nombre de Biot (Ratti, 1994). Elle ne doit donc pas influencer l'importance relative des résistances intra et extragranulaires.

### 3.1.3. Influence de l'humidité absolue de l'air

Comme illustré par les Figures V.24 à V.26, l'humidité absolue de l'air de séchage influence directement la cinétique. En effet, on constate un net abaissement du flux de séchage lorsque l'air est humidifié, particulièrement sur la Figure V.24. Les discontinuités dans la courbe expérimentale de l'essai 5 (■) sont liées au problème de régulation d'humidité évoqué en début de chapitre. Les parties de la courbe perturbées correspondant à des zones transitoires d'arrêt et de reprise de production de vapeur ont été enlevées afin de faciliter la lecture des graphes.

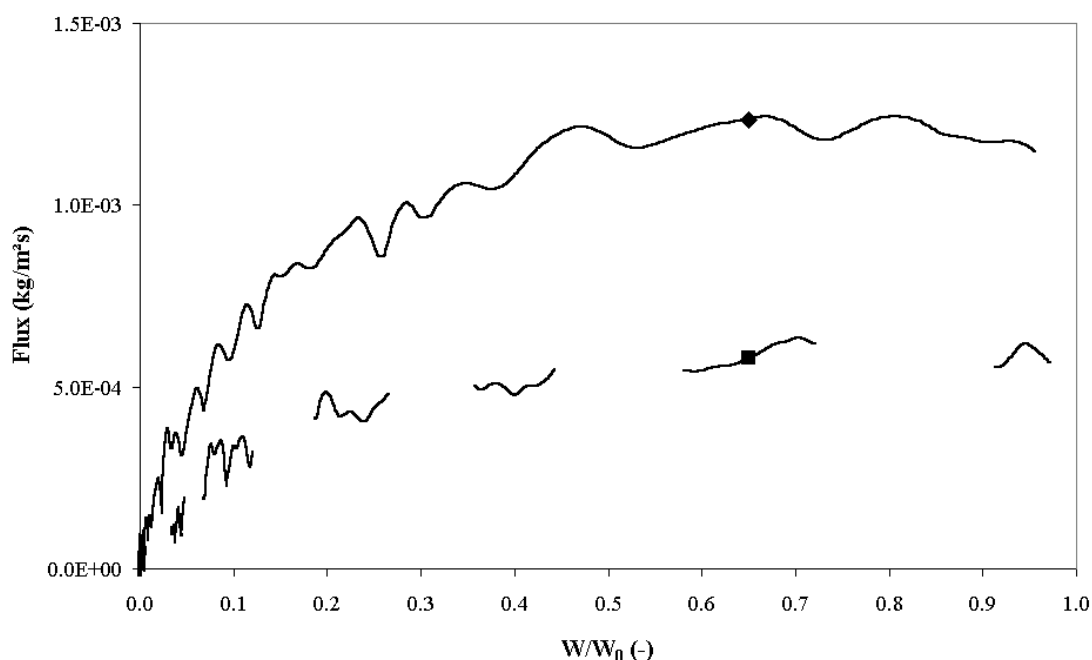


Figure V.24 : Influence de l'humidité de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 2 : 80°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (◆) et essai 5 : 80°C – 1.92 m/s – 0.12 kg/kg (■) - Retinne.

Sur la Figure V.26, on constate un recouvrement des courbes avec air humidifié (essais 22 et 25). Ces recouvrements, ainsi que la diminution du flux avec des humidités croissantes, peuvent s'expliquer par l'influence de l'humidité sur le potentiel de transfert. La teneur en humidité absolue de l'air influence les deux termes constituant l'expression du potentiel moteur au transfert de matière (Éq. V.7). En effet, une augmentation de la teneur en humidité a pour effet une augmentation de la température humide correspondante. Pour des humidités modérées, l'augmentation de l'humidité absolue de l'air  $Y_a$  a pour effet la diminution du potentiel de transfert (Figures V.24 et V.25). Pour des humidités plus fortes, l'augmentation de l'humidité absolue de l'air est compensée par l'augmentation de l'humidité à l'interface air-solide  $Y_{sat}(T_h)$  faisant suite à l'augmentation de la température humide. Les deux effets se

compensent et le potentiel de transfert demeure le même. C'est ce qui se produit pour les essais 22 et 25 sur la Figure V.26.

$$\text{Potentiel de transfert de matière} = Y_{\text{sat}}(T_h) - Y_a \quad (\text{V.7})$$

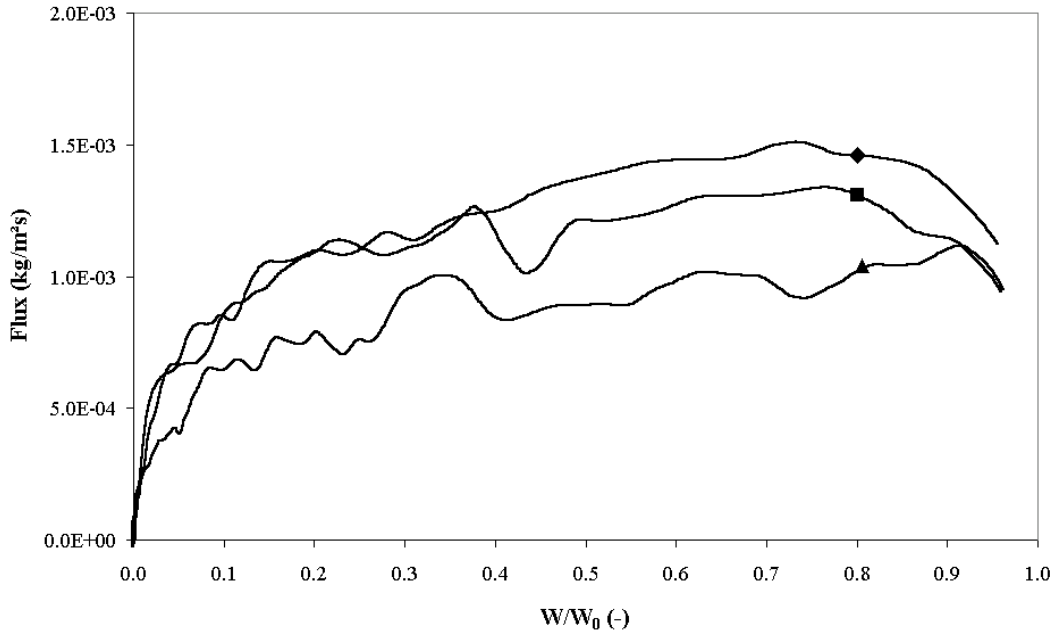


Figure V.25 : Influence de l'humidité de l'air sur la cinétique de séchage –  
Essai 10 : 120°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 13 : 118°C – 0.92 m/s – 0.09 kg/kg (■) et  
essai 16 : 118°C – 0.90 m/s – 0.31 kg/kg (▲) - Retinne.

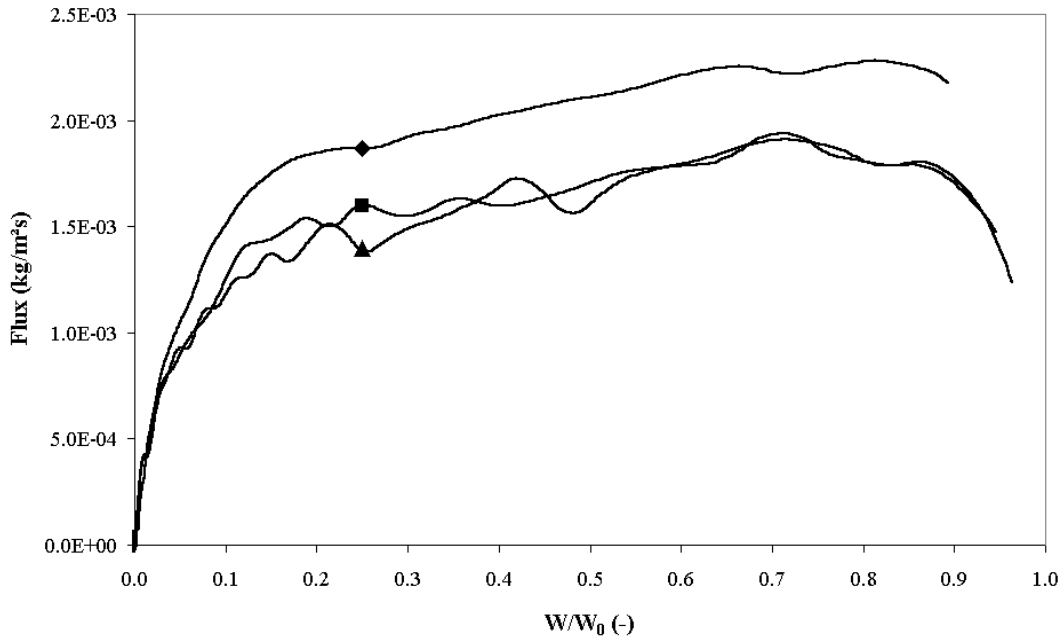


Figure V.26 : Influence de l'humidité de l'air sur la cinétique de séchage –  
Essai 19 : 160°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 22 : 160°C – 1.06 m/s – 0.20 kg/kg (■) et  
essai 25 : 161°C – 0.98 m/s – 0.38 kg/kg (▲) - Retinne.

Fi

### 3.1.4. Régression multilinéaire

L'influence des trois variables opératoires (température, vitesse superficielle et humidité absolue de l'air) sur le processus de séchage peut être quantifiée en appliquant une régression multilinéaire entre le flux de séchage  $F_c$  observé au palier et ces trois variables opératoires. Les estimations des paramètres sont présentées au Tableau V.9 avec leurs limites de confiance à 95%. Les variables en  $t = a_k/s_{ak}$  sont toutes significativement différentes de zéro (valeur de référence : 2.1199 pour un seuil de signification  $\alpha = 0.95$ ). La température possède la plus grande influence sur la valeur du flux au palier, suivie par la vitesse superficielle et l'humidité absolue.

**Tableau V.9 : Paramètres de l'analyse de régression multilinéaire effectuée sur le flux au palier  $F_c$  - Retinne**

	Régression multilinéaire sur $F_c$		
	Paramètres $a_k$ LC à 95% $t = a_k/s_{ak}$		
Terme indépendant	<b>-1.305 10<sup>-3</sup></b>	3.698 10 <sup>-4</sup>	-7.48
Température	<b>2.050 10<sup>-5</sup></b>	2.748 10 <sup>-6</sup>	15.82
Vitesse	<b>3.904 10<sup>-4</sup></b>	1.067 10 <sup>-4</sup>	7.76
Humidité	<b>-1.638 10<sup>-3</sup></b>	6.947 10 <sup>-4</sup>	-5.00

### 3.1.5. Calcul des coefficients de transfert

Les coefficients de transfert de matière et de chaleur peuvent être calculés à partir de la valeur du flux au plateau  $F_c$  en se basant sur l'Éq. V.3 et son équivalent pour le transfert de chaleur (Éq. V.8). Pour rappel, le flux de chaleur  $Q$  est obtenu en multipliant le flux de matière par la chaleur latente de vaporisation de l'eau (Éq. V.9)

$$Q = h(T_a - T_h) \quad (\text{V.8})$$

$$Q = F\Delta H_{\text{vap}} \quad (\text{V.9})$$

Le Tableau V.10 reprend les valeurs obtenues pour les coefficients de transfert de matière  $k$  et de chaleur  $h$ . Ces résultats correspondent aux ordres de grandeur des valeurs couramment mentionnées dans la littérature pour le séchage convectif (Welty et al., 1984). Par exemple, Simal et al. (1998) trouvent un coefficient de transfert de chaleur égal à 50.7 W/m<sup>2</sup>°C lors du séchage d'échantillons cylindriques de brocoli avec de l'air dont la vitesse superficielle vaut 3 m/s et la température vaut 90°C.

**Tableau V.10 : Valeurs des coefficients de transfert de matière (k) et de chaleur (h) obtenus à partir des essais de séchage sur la boue de Retinne**

Numéro de l'essai	k (m/s)	h (W/m <sup>2</sup> C)
1	0.056	49.0
2	0.066	58.3
3	0.080	70.5
4	0.064	64.6
5	0.062	61.5
10	0.054	42.8
11	0.076	59.8
12	0.087	69.0
13	0.060	52.5
15	0.084	75.9
16	0.053	56.2
17	0.070	71.8
19	0.065	46.8
20	0.080	57.8
21	0.092	66.0
22	0.057	49.8
23	0.074	64.9
24	0.098	82.1
25	0.053	53.4
26	0.067	67.8

En convection forcée les coefficients de transfert de matière et de chaleur sont souvent reliés aux conditions opératoires par l'intermédiaire de lois de puissance portant sur des nombres adimensionnels (Perré, 1997) (Éq. V.10 et V.11).

$$Sh = A(Re)^m(Sc)^n \quad (\text{V.10})$$

$$Nu = A(Re)^m(Pr)^n \quad (\text{V.11})$$

La longueur caractéristique qui intervient dans le nombre de Reynolds (Re) et de Nusselt (Nu) est le diamètre de la sphère qui possède la même surface que l'échantillon (Geankoplis, 1993). Les relations utilisées pour calculer les différentes grandeurs qui interviennent dans les nombres adimensionnels se trouvent à l'annexe VI.

Conformément à l'analogie entre les transferts de matière et chaleur, les relations adimensionnelles suivantes ont pu être ajustées sur les résultats expérimentaux :

$$Nu = 2.55Re^{0.37}Pr^{0.41} \quad (\text{V.12})$$

$$Sh = 2.55Re^{0.37}Sc^{0.41} \quad (\text{V.13})$$

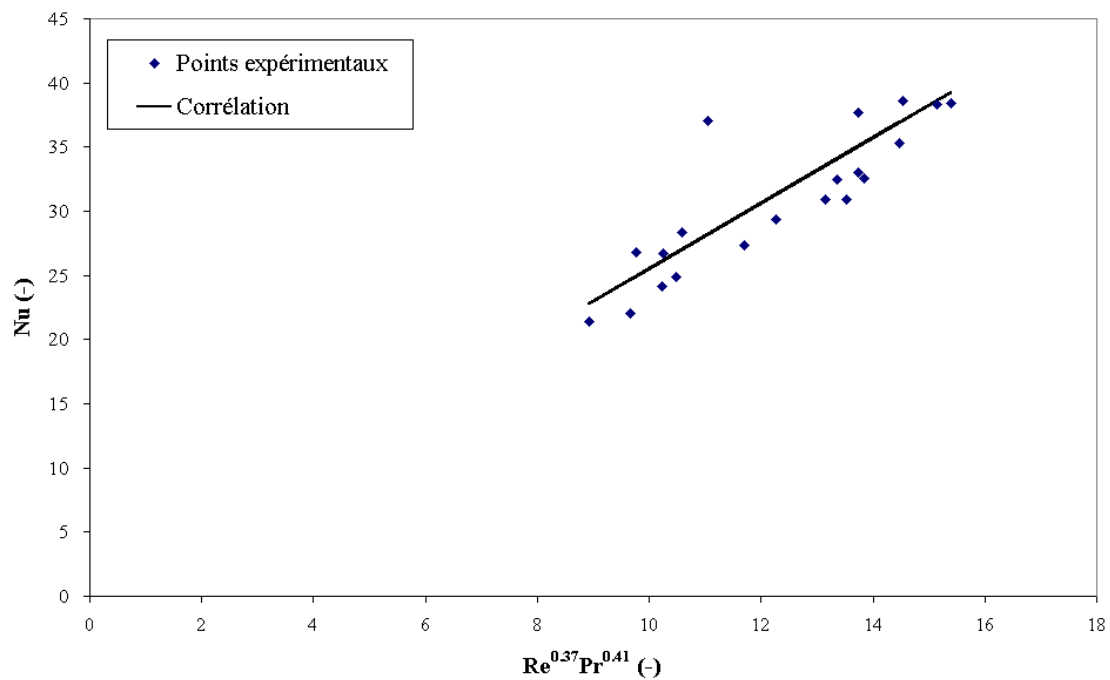
L'ajustement a été effectué par une méthode linéaire sur l'ensemble des essais (transfert de matière et de chaleur) après passage au logarithme des nombres de Nusselt

et de Sherwood. Les limites de confiance à 95% pour les trois paramètres sont indiquées dans le Tableau V.11.

**Tableau V.11 : Valeurs et limites de confiance à 95% pour les paramètres des lois adimensionnelles  $Nu = ARe^mPr^n$  et  $Sh = ARe^mSc^n$**

	Valeur du paramètre	LC à 95%
A	2.55	1.02
m	0.37	0.07
n	0.41	0.16

Les Figures V.27 et V.28 permettent de comparer les résultats expérimentaux et les corrélations décrites ci-dessus.



**Figure V.27 : Nombre de Nusselt en fonction de  $Re^{0.37}Pr^{0.41}$  obtenu d'après l'expérience (◆) ou à partir de l'Éq. V.12 (■) - Retinne.**

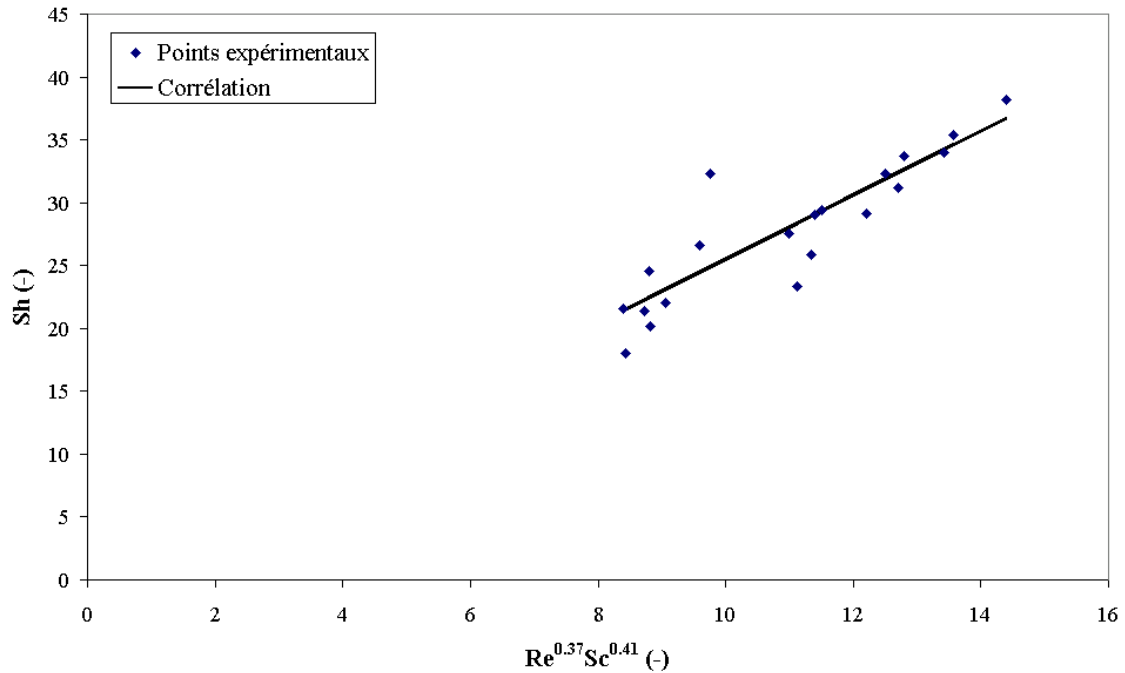


Figure V.28 : Nombre de Sherwood en fonction de  $Re^{0.37}Sc^{0.41}$  obtenu d'après l'expérience (◆) ou à partir de l'Éq. V.13 (■) - Retinne.

De nombreuses corrélations ont été publiées dans la littérature. Ces corrélations sont établies pour des géométries particulières et des techniques de séchage diverses (séchateurs rotatifs, lits fluidisés, lits fixes). Cependant, peu de corrélations ont été publiées dans le cas du séchage convectif d'un échantillon cylindrique individuel dont toute la surface externe est offerte au séchage. Il est donc difficile de comparer nos résultats avec des corrélations établies dans une situation similaire avec d'autres produits. Quelques relations adimensionnelles sont néanmoins présentées à titre indicatif.

Welty et al. (1984) proposent l'Éq. V.14 lors du séchage d'échantillons cylindriques à courants croisés :

$$Nu = 0.615Re^{0.466} \quad (\text{V.14})$$

Whitaker (1972) propose dans la même situation la corrélation suivante :

$$Nu = \left( 0.4Re^{\frac{1}{3}} + 0.06Re^{\frac{2}{3}} \right) Pr^{0.4} \quad (\text{V.15})$$

Les Éq. V.16 et V.17 sont mentionnées par Herman et al. (2000) pour la modélisation d'un séchage convectif en lit fixe.

$$\text{Nu} = 2.52 \text{Re}^{0.499} \text{Pr}^{\frac{1}{3}} \quad (\text{V.16})$$

$$\text{Sh} = 2.25 \text{Re}^{0.499} \text{Sc}^{\frac{1}{3}} \quad (\text{V.17})$$

On peut constater en examinant ces différentes relations que les exposants trouvés lors de l'ajustement se situent dans la gamme des exposants mentionnés dans la littérature. En effet l'exposant  $m$  qui affecte le Reynolds, 0.37, se situe dans la fourchette 1/3 à 2/3 et l'exposant  $n$  qui affecte le Prandtl et le Schmidt, 0.41, se situe non loin des valeurs 1/3 et 0.4.

La Figure V.29 permet de comparer la relation établie dans ce travail avec les trois relations issues de la littérature. Les valeurs expérimentales des nombres de Reynolds et de Prandtl ont été utilisées pour tracer cette figure. On constate que les valeurs expérimentales sont supérieures à celles obtenues par les relations proposées par Whitaker (1972) et Welty et al. (1984) et inférieures à celles obtenues par les équations de Herman et al. (2000). Les lois déterminées dans ce travail, comme toutes les autres, doivent être considérées comme caractéristiques du dispositif expérimental du laboratoire.

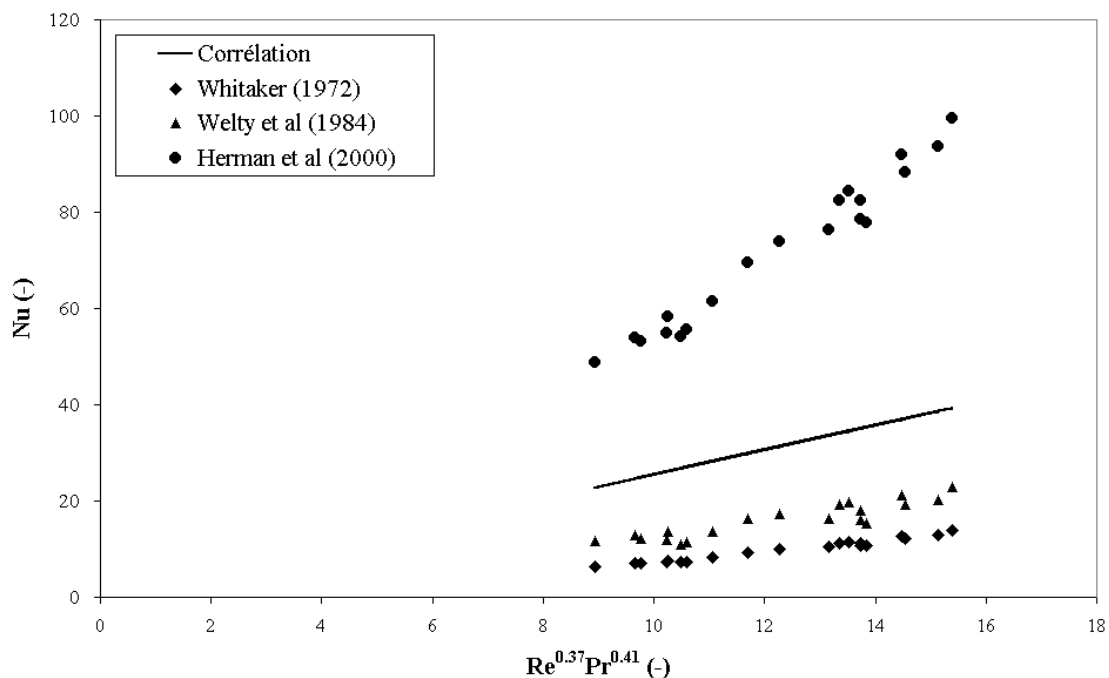


Figure V.29 : Comparaison de la relation  $\text{Nu} = f(\text{Re}, \text{Pr})$  établie expérimentalement avec d'autres lois adimensionnelles proposées dans la littérature.

La détermination des coefficients de transfert repose sur l'hypothèse que les conditions du bulbe humide règnent à l'interface matériau humide-air pendant la période de séchage à flux constant. La validation de cette hypothèse peut être effectuée par une mesure de la température de surface. Des essais de mesure pratiqués avec un capteur infrarouge se sont montrés assez délicats et seulement qualitatifs. En effet, le

calibrage nécessite la connaissance de l'émissivité de la boue qui peut évoluer en cours de séchage. De plus, la présence de vapeur d'eau dans l'air peut perturber la mesure. Enfin, le système nécessite un positionnement précis assurant que l'échantillon et non le support soit 'visé' par le capteur. La Figure V.30 illustre un résultat obtenu lors d'essais de mise au point pour un séchage à environ 160°C et 1 m/s. On peut observer une zone pendant laquelle la température est pratiquement constante suivie par un élèvement de la température de surface jusqu'en fin de séchage. La température mesurée avec le système est supérieure à la température du bulbe humide d'environ 20°C. On pourrait attribuer ces différences à un phénomène de rayonnement négligé jusqu'ici. Cependant par calcul on trouve qu'une élévation de température de l'ordre de 5°C pourrait être provoquée par du rayonnement lorsqu'on fait l'hypothèse que les parois du sécheur sont à la température de l'air utilisé pour le séchage. Des erreurs au niveau du calibrage, de l'estimation de l'émissivité et du placement du capteur peuvent être envisagées comme plausibles. L'intérêt de cette mesure préliminaire est qu'elle confirme la présence d'un plateau en température et, simultanément, d'une zone à flux constant lors du séchage. La montée en température peut être le reflet d'un assèchement de la surface ou de l'apparition de résistances intragranulaires au transfert.

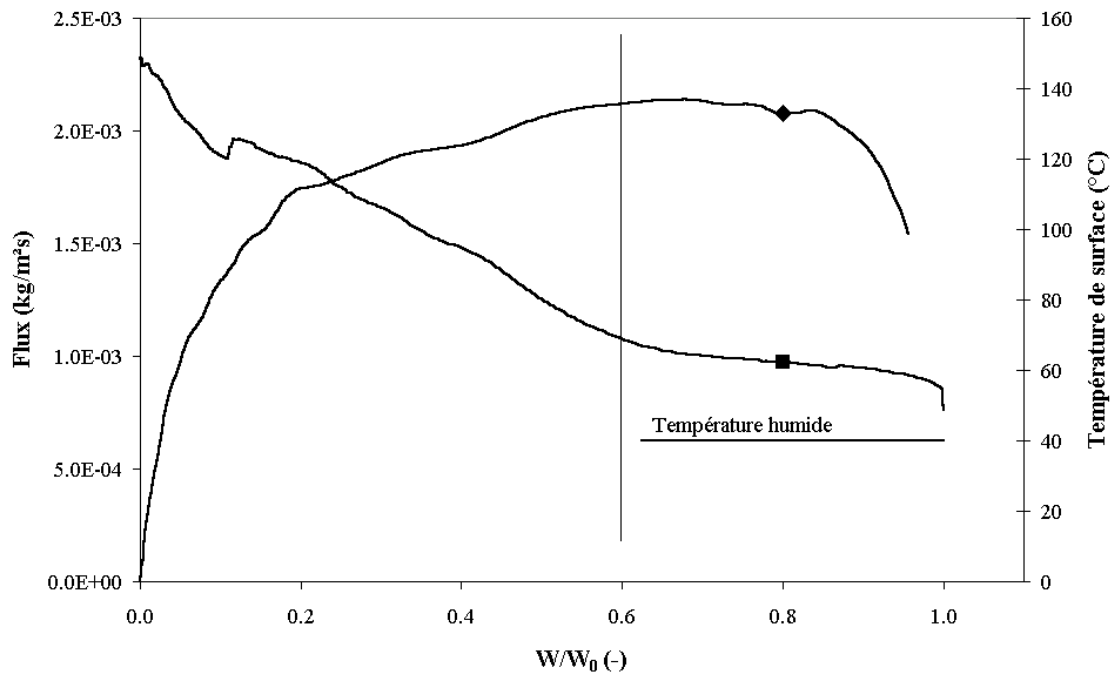


Figure V.30 : Évolution du flux matériel (◆) et de la température de surface (■) en fonction de  $W/W_0$ .

### 3.1.6. Calcul de la capacité opératoire

D'un point de vue procédé, il est intéressant de déterminer la capacité évaporatoire  $C_{\text{évap}}$  correspondant à un ensemble de conditions opératoires. La capacité évaporatoire est définie comme la quantité d'eau évaporée par unité de temps et de surface d'échange du matériau. Cette grandeur est employée à des fins de dimensionnement de sécheurs industriels (Janssens, 1998). La quantité d'eau évaporée retenue pour calculer la capacité évaporatoire correspond à 90% de la quantité d'eau



initialement présente dans l'échantillon. Ceci correspond à un  $W/W_0$  proche de 0.02 qui se situe dans la zone de décroissance du flux de séchage. L'expression de  $C_{\text{évap}}$  est donnée par l'Éq. V.18 dans laquelle  $M$  est la masse totale de l'échantillon,  $M_s$  la masse de solide,  $A_0$  la surface externe initiale de l'échantillon et  $t$  le temps nécessaire à l'évaporation de 90% d'eau.

$$C_{\text{évap}} = \frac{0.9(M - M_s)}{A_0 t} \tag{V.18}$$

Les capacités évaporatoires calculées pour l'ensemble des essais réalisés sont portées en fonction de  $F_c$  sur la Figure V.31. Cette figure montre que la capacité évaporatoire dépend linéairement de  $F_c$ , le flux constant observé sur les courbes de flux matériel. Bien que le séchage se termine dans la phase de décroissance, les variables opératoires qui maximisent  $F_c$  sont celles qui fournissent la capacité évaporatoire la plus élevée. Ceci est probablement dû au fait que l'essentiel du séchage se fait en limitations extragranulaires et donc que ce qui maximise  $F_c$  maximise également la capacité évaporatoire. Le Tableau V.12 montre que l'ordonnée à l'origine de la droite n'est pas significativement non nulle et que la pente de la droite vaut 0.59.

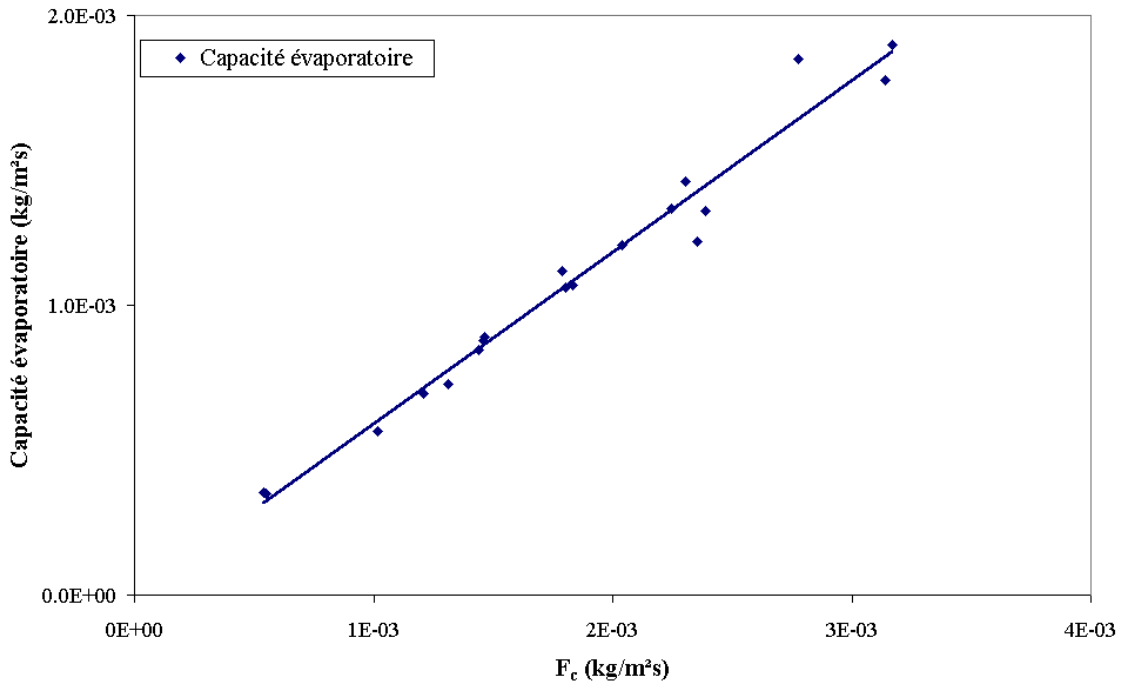


Figure V.31 : Capacité évaporatoire en fonction du flux au palier.

Tableau V.12 : Paramètres de la droite d'ajustement de la capacité évaporatoire en fonction de  $F_c$

	Valeur estimée du paramètre LC à 0.95	
Terme indépendant	$-2.00 \cdot 10^{-6}$	$1.01 \cdot 10^{-4}$
Pente	0.59	0.05

### 3.2. Boue d'Embourg

La Figure V.32 permet de comparer les courbes de flux matériel obtenues dans les mêmes conditions opératoires lors du séchage d'un échantillon de boue d'Embourg (◆) et de Retinne (■). On observe que la cinétique de séchage est systématiquement plus lente pour Embourg et que la courbe est constituée pratiquement exclusivement d'une longue phase de décroissance, sans présence d'un plateau à flux constant. La situation est donc différente de celle observée pour la boue de Retinne. La concavité est néanmoins toujours celle correspondant aux courbes de type D de la classification de Sherwood (1936). Cet écart entre les deux boues est probablement dû à des limitations diffusionnelles intragranulaires qui apparaissent plus tôt lors du séchage d'échantillons de boue d'Embourg.

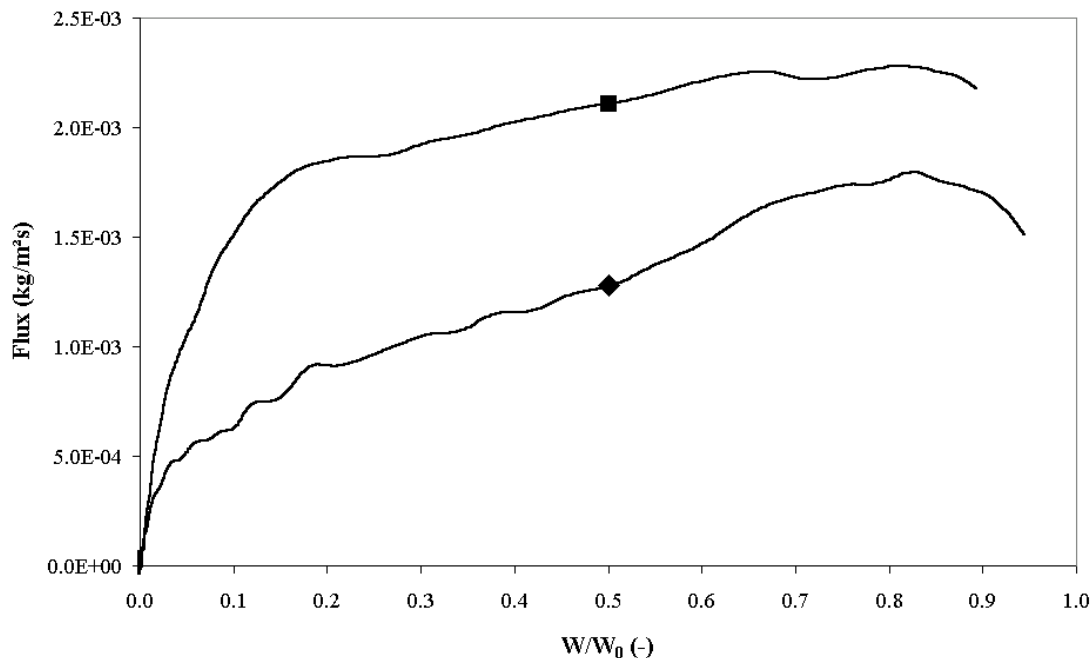


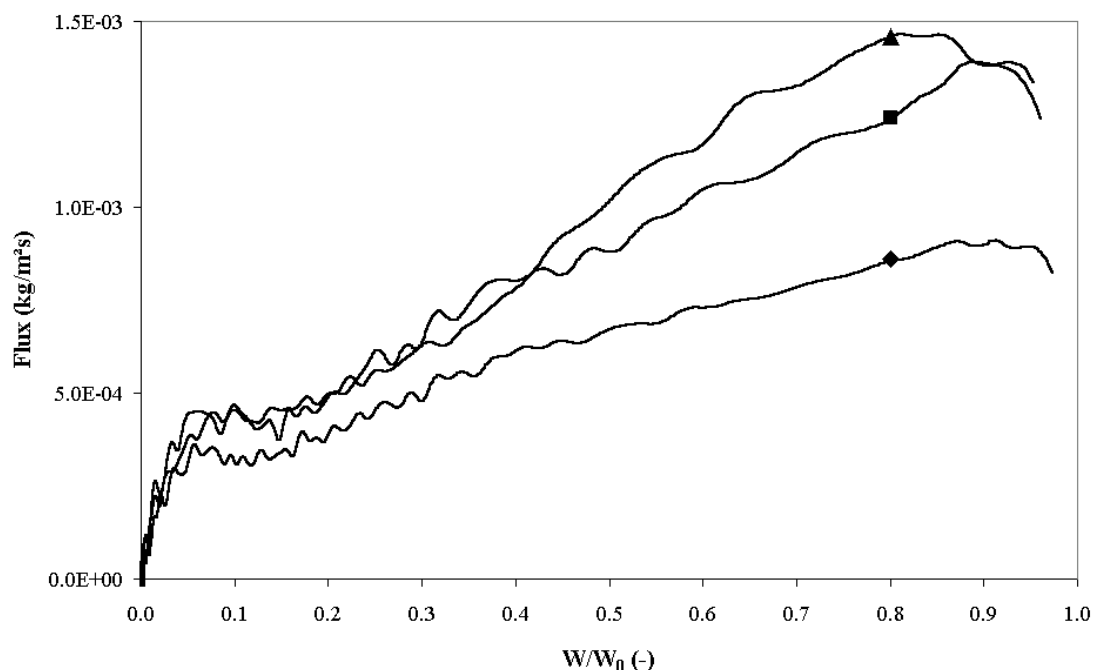
Figure V.32 : Courbes de flux matériel obtenues pour Embourg (◆) et pour Retinne (■) – Cas de l'essai 19 : 160°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg.

#### 3.2.1. Influence de la vitesse superficielle de l'air

Les Figures V.33 à V.37 illustrent l'effet de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique de séchage d'échantillons de boue d'Embourg. Sur les trois premières figures (air à humidité ambiante), l'influence de la vitesse est nette pour des valeurs de  $W/W_0$  supérieures à 0.3 à 0.4 : le flux augmente avec la vitesse superficielle. En dessous de ces teneurs en humidité, il est difficile de tirer des conclusions générales car la précision des courbes est moins bonne (oscillations). Il semble cependant que pour les Figures V.33 et V.34 les trois courbes se superposent en dessous de  $W/W_0 \cong 0.2$ , compte tenu de l'erreur expérimentale. En dessous de ces valeurs, les limitations aux transferts sont donc exclusivement intragranulaires. Cette superposition des courbes a lieu pour des valeurs de  $W/W_0$  supérieures à celles observées pour Retinne, ce qui est

probablement une conséquence du développement précoce de limitations intragranulaires au transfert dans le cas d'Embourg.

L'influence de la vitesse superficielle est également bien visible pour les séchages avec air humidifié (Figure V.36 et V.37). Le recouvrement entre les courbes semble se produire plus tardivement qu'avec le séchage à l'air sec et les écarts entre les courbes sont légèrement plus importants. Ces observations sont liées à l'influence de l'humidité absolue de l'air sur le Biot : l'importance relative des résistances extragranulaires augmente lorsque l'air est humidifié.



**Figure V.33 : Influence de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 1 : 80°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 2 : 80°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 3 : 80°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (▲) - Embourg.**

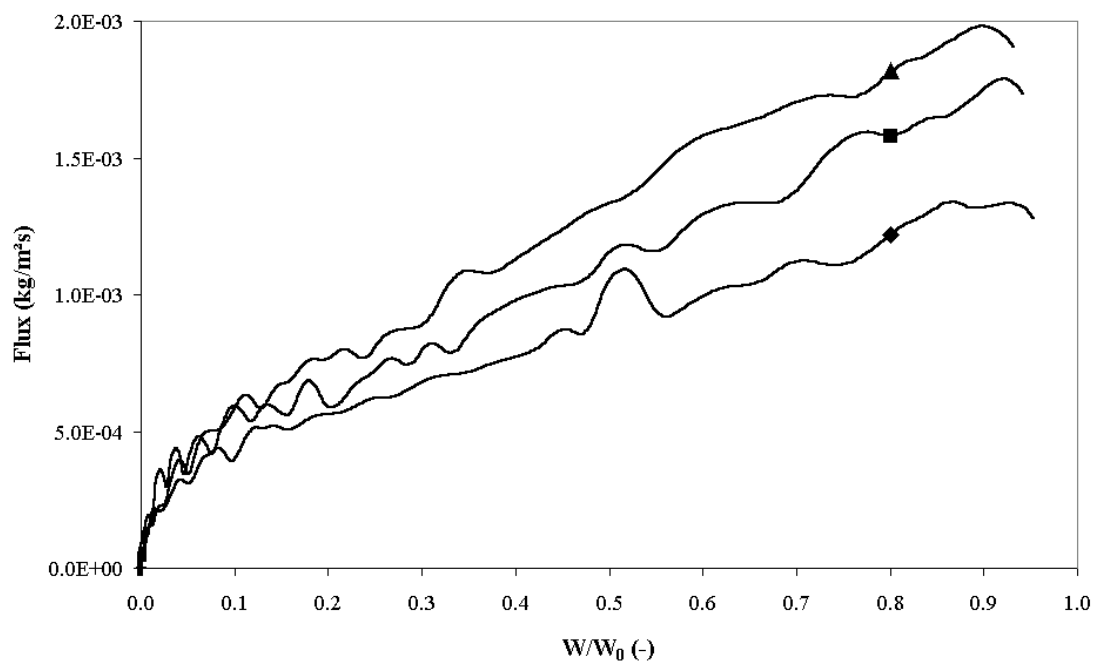


Figure V.34 : Influence de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 10 : 120°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 11 : 120° - 2 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 12 : 120°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (▲) - Embourg.

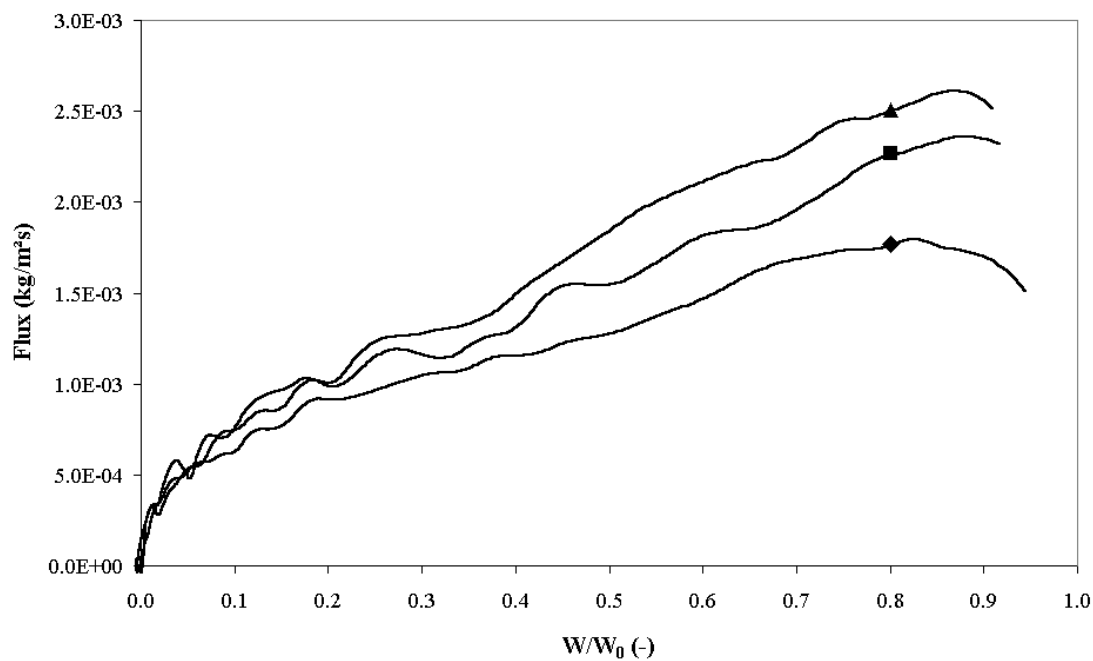


Figure V.35 : Influence de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 19 : 160°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 20 : 160°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 21 : 160°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (▲) - Embourg.

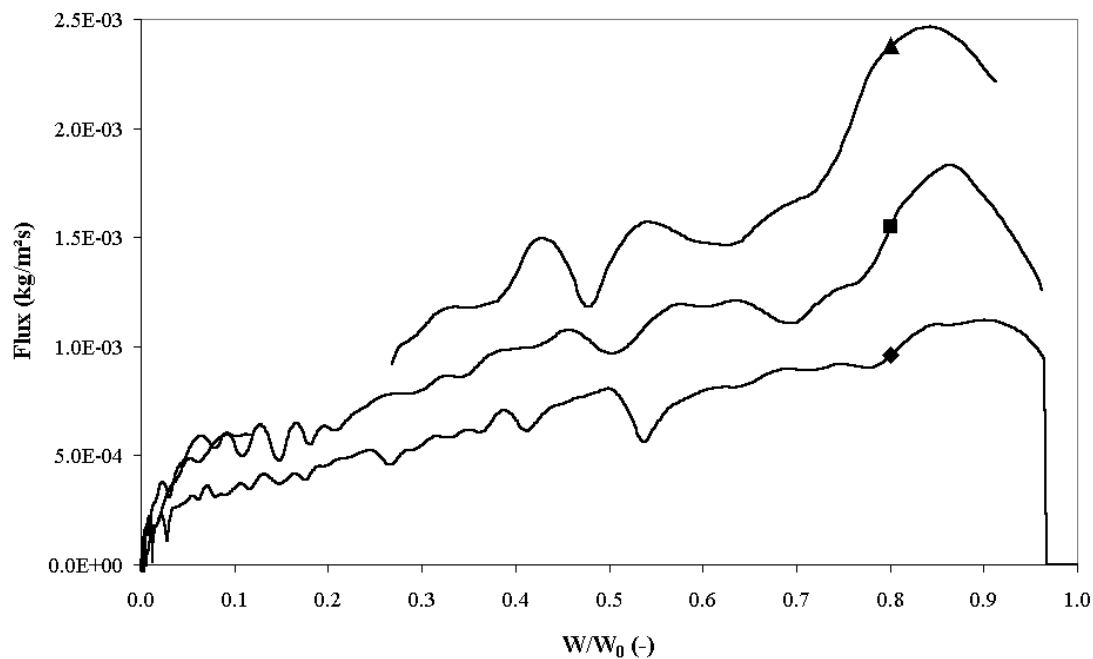


Figure V.36 : Influence de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 13 : 117°C – 1 m/s – 0.12 kg/kg (◆), essai 14 : 120°C – 1.9 m/s – 0.12 kg/kg (■) et essai 15 : 119°C – 2.8 m/s – 0.11 kg/kg (▲) - Embourg.

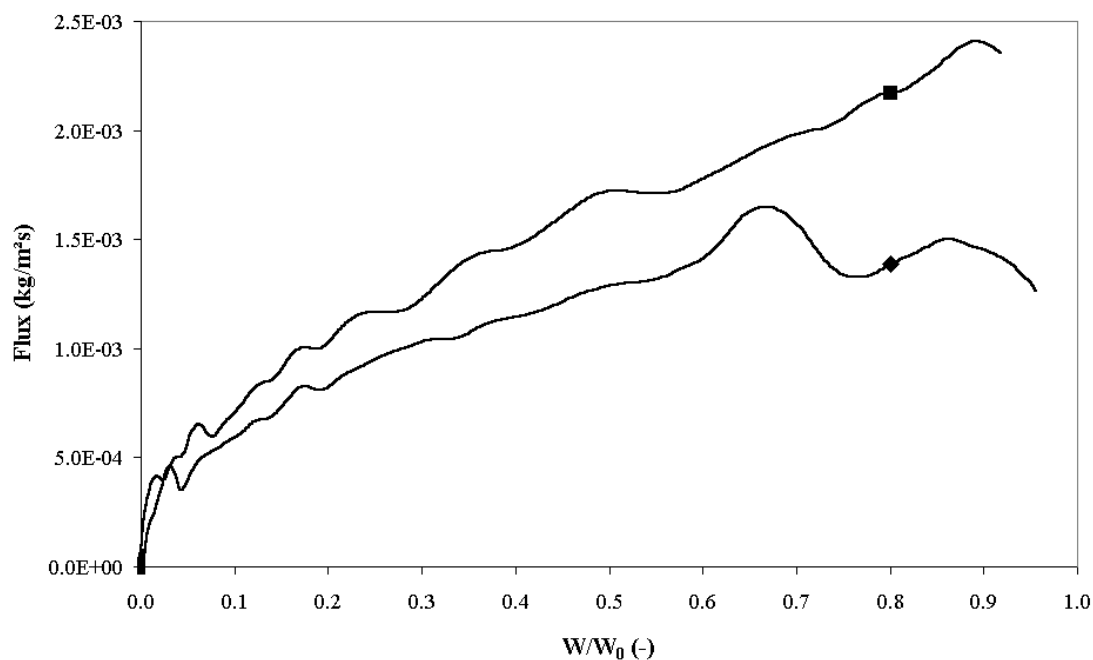


Figure V.37 : Influence de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 22 : 162°C – 1.1 m/s – 0.22 kg/kg (◆) et essai 23 : 160°C – 2.1 m/s – 0.2 kg/kg (■) - Embourg.

### 3.2.2. Influence de la température de l'air

Les Figures V.38 à V.42 mettent en évidence que la température possède une influence sur la cinétique de séchage pendant la majeure partie de celui-ci. L'interprétation donnée pour Retinne est toujours valable ici. On peut en outre remarquer sur la Figure V.41 que lors de l'essai 4, la valeur de  $W/W_0$  final est différente de zéro. Cette observation est liée au caractère hygroscopique de la boue. En fin de séchage, le matériau atteint une teneur en eau d'équilibre qui dépend de la température et de l'humidité de l'air. A 80°C et avec un air humidifié, le matériau contient une fraction d'eau liée non négligeable ( $W/W_0 = 0.09$ ). On observe le même type de comportement pour l'essai 16 sur la Figure V.42. Cependant la teneur en eau d'équilibre est plus faible ( $W/W_0 = 0.015$ ), essentiellement parce que la température de l'air est supérieure (120°C). Lorsque l'air est porté à 160°C, il ne demeure plus d'eau liée dans le matériau, du moins avec les taux d'humidification réalisés dans ce travail.

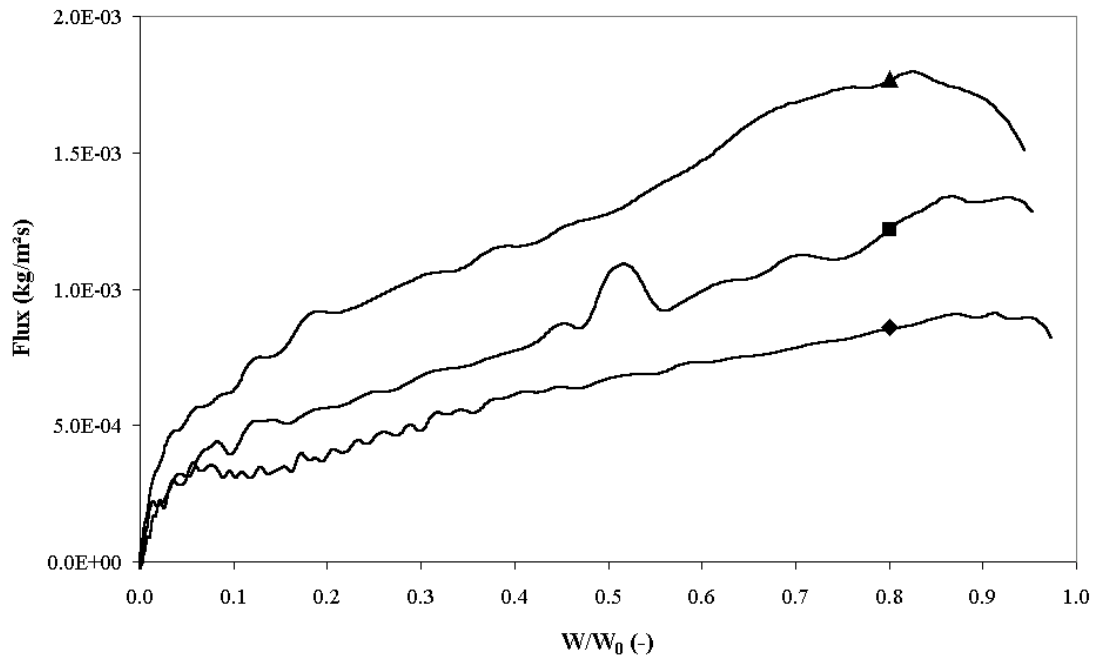


Figure V.38 : Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage –  
Essai 1 : 80°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 10 : 120°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 19 :  
160°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (▲) - Embourg.

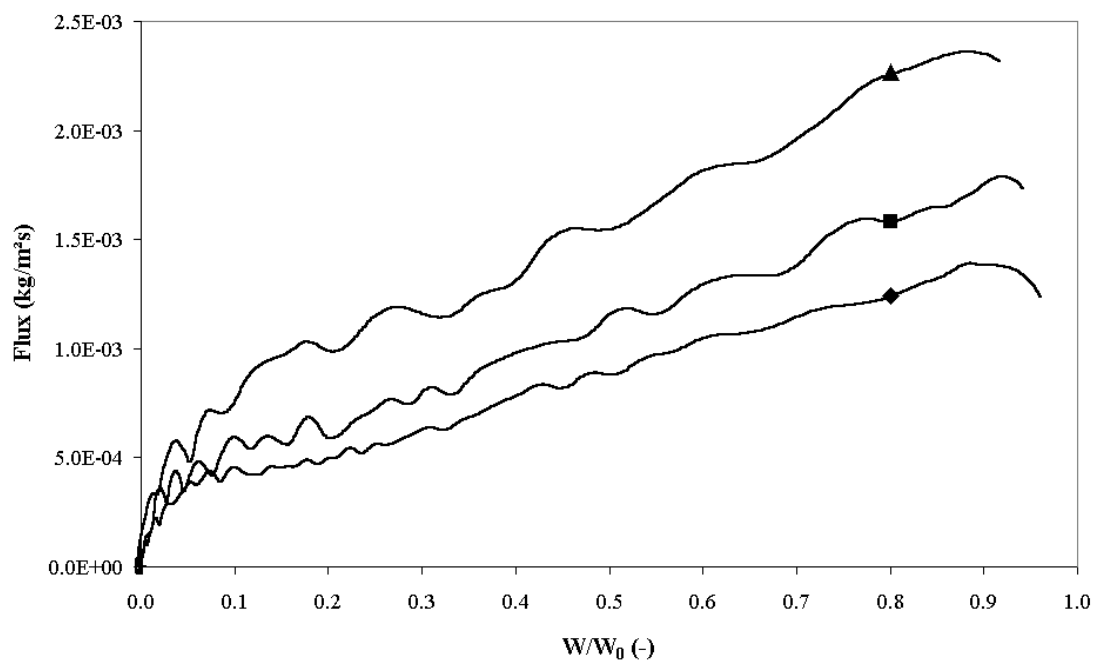


Figure V.39 : Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 2 : 80°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 11 : 120°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 20 : 160°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (▲) - Embourg.

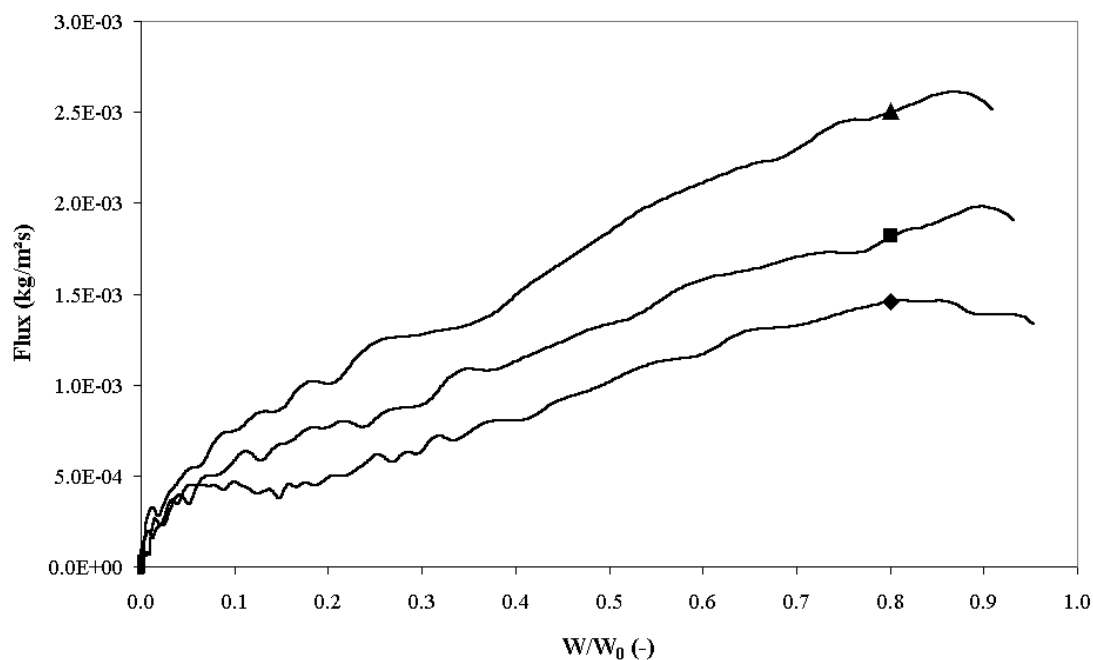


Figure V.40 : Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 3 : 80°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (◆), essai 12 : 120°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (■) et essai 21 : 160°C – 3 m/s – 0.006 kg/kg (▲) - Embourg.

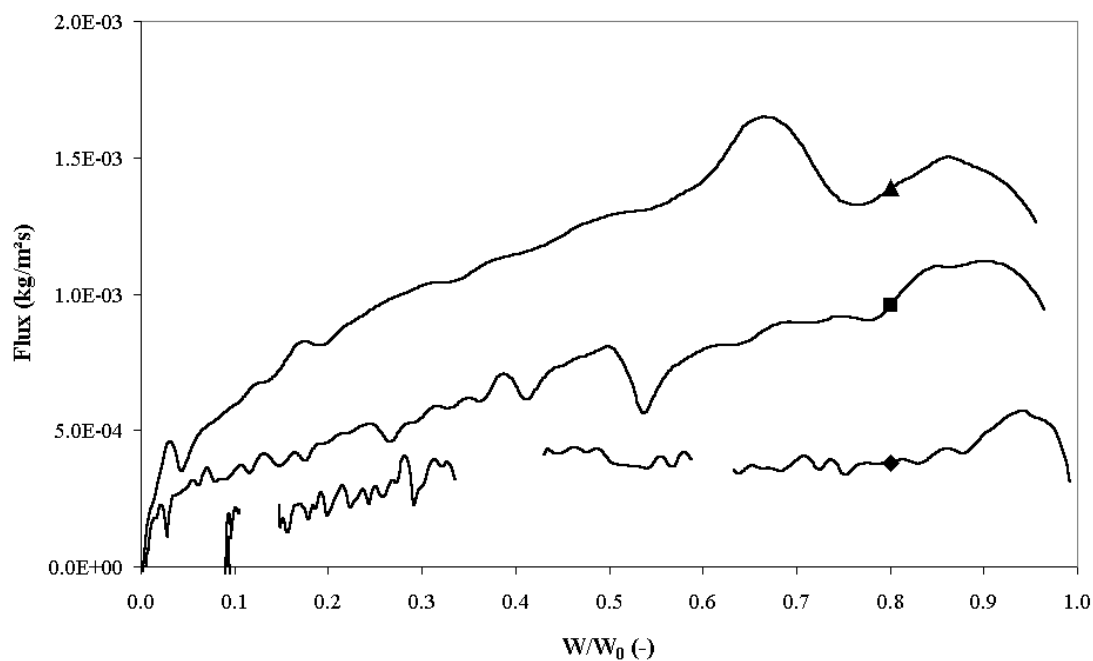


Figure V.41 : Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage –  
Essai 4 : 78°C – 1 m/s – 0.14 kg/kg (◆), essai 13 : 117°C – 1 m/s – 0.12 kg/kg (■) et  
essai 22 : 162°C – 1.1 m/s – 0.22 kg/kg (▲) - Embourg.

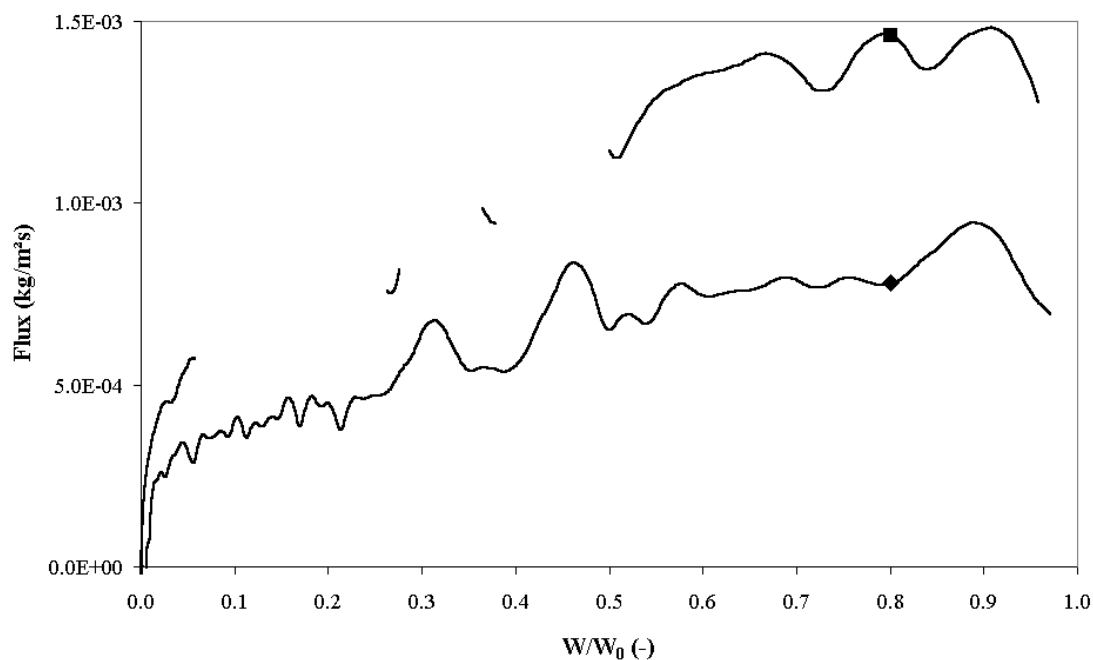


Figure V.42 : Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage –  
Essai 16 : 120°C – 0.9 m/s – 0.26 kg/kg (◆) et essai 25 : 162°C – 1 m/s – 0.39 kg/kg (■) - Embourg.



### 3.2.3. Influence de l'humidité absolue de l'air

Les deux types de comportement mentionnés pour Retinne se retrouvent ici. Sur les Figures V.43 et V.43, l'augmentation de la teneur en humidité de l'air est telle que le potentiel de transfert de masse est diminué. En conséquence, le flux matériel diminue. Par contre sur les Figures V.45 et V.46, le taux d'humidité et la température sont tels que l'augmentation d'humidité est compensée par l'augmentation de la teneur en humidité saturante à la température humide. L'augmentation d'humidité ne possède alors plus d'influence sur les transferts.

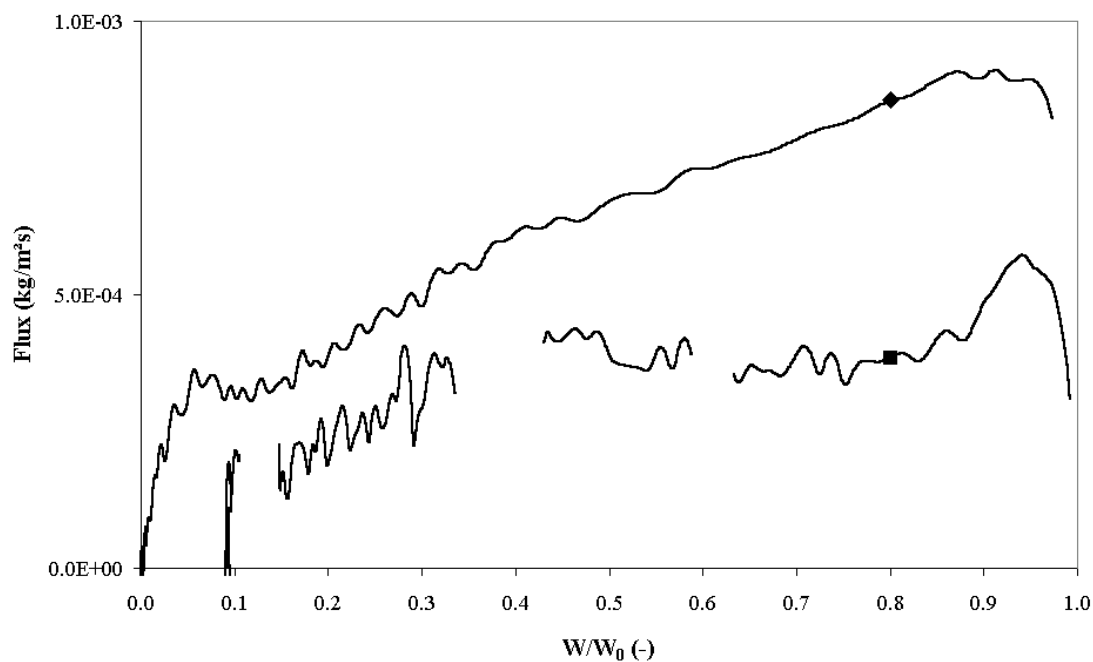


Figure V.43 : Influence de l'humidité de l'air sur la cinétique de séchage –  
Essai 1 : 80°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆) et essai 4 : 78°C – 1 m/s – 0.14 kg/kg (■) - Embourg.

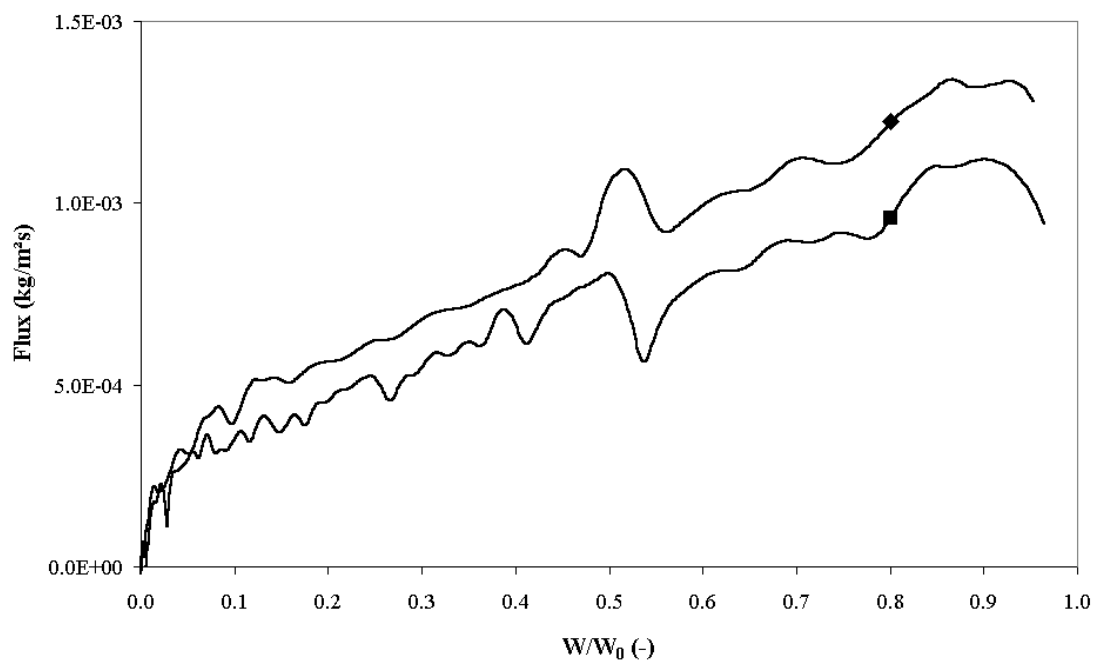


Figure V.44 : Influence de l'humidité de l'air sur la cinétique de séchage –  
Essai 10 : 120°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆) et essai 13 : 117°C – 1 m/s – 0.12 kg/kg (■) - Embourg.

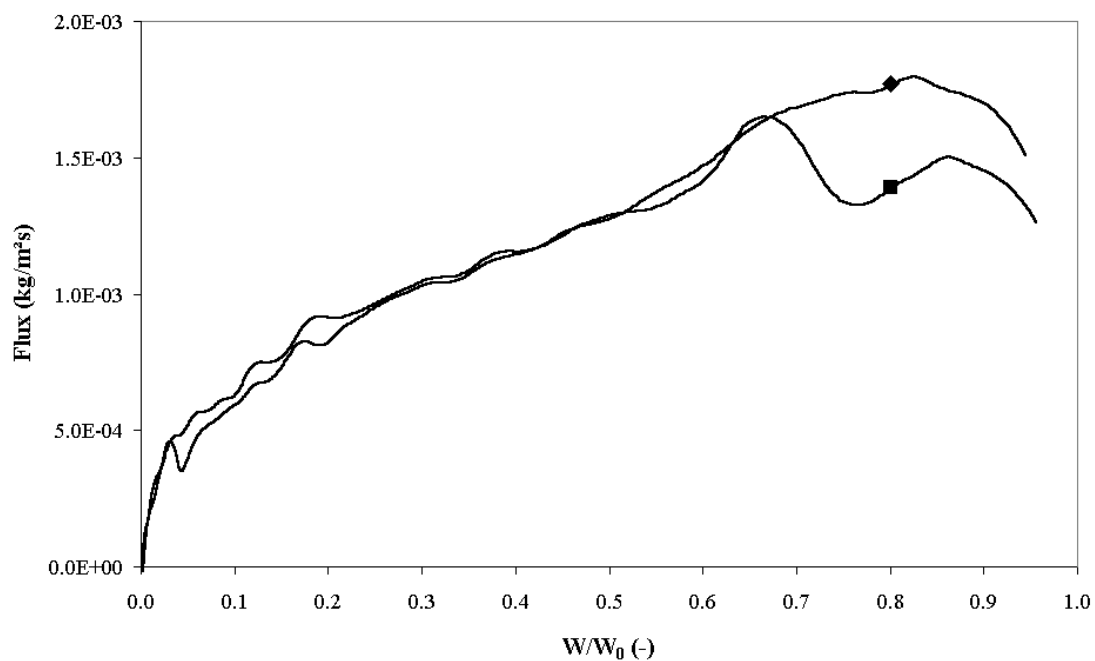


Figure V.45 : Influence de l'humidité de l'air sur la cinétique de séchage –  
Essai 19 : 160°C – 1 m/s – 0.006 kg/kg (◆) et essai 22 : 162°C – 1.1 m/s – 0.22 kg/kg (■) - Embourg.

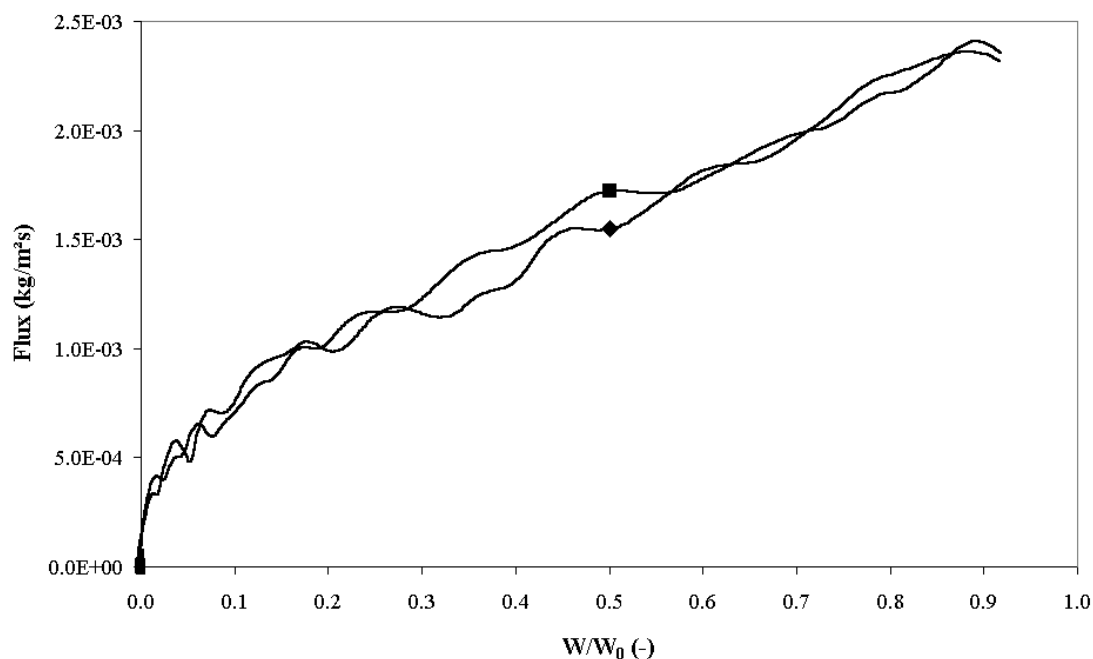


Figure V.46 : Influence de l'humidité de l'air sur la cinétique de séchage – Essai 20 : 160°C – 2 m/s – 0.006 kg/kg (◆) et essai 23 : 160°C – 2.1 m/s – 0.2 kg/kg (■) - Embourg.

### 3.2.4. Régression multilinéaire

L'influence des trois variables opératoires (température, vitesse superficielle et humidité absolue de l'air) sur le processus de séchage peut être quantifiée en appliquant une régression multilinéaire entre la valeur maximale du flux de séchage et ces trois variables opératoires.

Cette analyse est différente de celle appliquée aux boues de Retinne car les valeurs maximales du flux de séchage sont probablement déjà affectées par des limitations intragranulaires.

Les résultats repris dans le Tableau V.13 montrent que les trois variables ont une influence significative. La comparaison des variables  $t$  (référence = 2.1098 pour  $\alpha = 0.95$ ) indique que la température possède le plus grand effet sur le flux maximal, suivie par la vitesse superficielle et l'humidité dont les effets sont du même ordre de grandeur mais inverses. On observe donc le même type de résultats que ceux obtenus pour Retinne.

Tableau V.13 : Paramètres de l'analyse de régression multilinéaire effectuée sur le flux maximal

	Régression multilinéaire sur le flux maximal		
	Paramètres $a_k$	LC à 95%	$t = a_k/s_{a_k}$
Terme indépendant	<b>-9.70 10<sup>-4</sup></b>	5.11 10 <sup>-4</sup>	-4.01
Température	<b>1.70 10<sup>-5</sup></b>	3.31 10 <sup>-6</sup>	10.82
Vitesse	<b>3.07 10<sup>-4</sup></b>	1.42 10 <sup>-4</sup>	4.56
Humidité	<b>-1.87 10<sup>-3</sup></b>	8.57 10 <sup>-4</sup>	-4.60

### 3.2.5. Détermination des coefficients de transfert

Si les transferts sont contrôlés par des résistances extragranulaires, on doit trouver les mêmes valeurs de coefficients de transfert  $k$  et  $h$  pour des conditions opératoires identiques et un échantillon de mêmes taille et forme, quelle que soit la boue.

Les coefficients de transfert calculés pour Embourg à partir de la valeur du flux maximal, et en faisant l'hypothèse que les conditions du bulbe humide règnent à l'interface matériau humide-air, sont indiqués dans le Tableau V.14. Ils sont appelés  $k_{\text{eff}}$  et  $h_{\text{eff}}$ . Pour des conditions opératoires semblables on observe pratiquement systématiquement que ces valeurs sont inférieures à celles obtenues pour Retinne (cf. Tableau V.10). Cette observation confirme que des limitations intragranulaires apparaissent très tôt lors du séchage d'échantillons de la boue d'Embourg. Dans ces conditions, à l'interface, l'humidité de l'air n'est plus égale à la valeur de saturation à la température du bulbe humide. Le flux s'exprime selon l'Éq. V.19, en tenant compte d'une humidité effective  $Y_{\text{eff}}$  à l'interface. Les Éqs. V.19 et V.20 montrent que le coefficient de transfert de matière  $k_{\text{eff}}$  peut être relié à l'assèchement de la paroi du solide et que le rapport  $k_{\text{eff}}/k$  est une mesure de l'importance prise par les résistances intragranulaires.

$$F = k\rho_a(Y_{\text{eff}} - Y_a) = k\rho_a(Y_{\text{eff}} - Y_a) \frac{(Y_{\text{sat}}(T_h) - Y_a)}{(Y_{\text{sat}}(T_h) - Y_a)} = k_{\text{eff}}\rho_a(Y_{\text{sat}}(T_h) - Y_a) \quad (\text{V.19})$$

$$\frac{k_{\text{eff}}}{k} = \frac{(Y_{\text{eff}} - Y_a)}{(Y_{\text{sat}}(T_h) - Y_a)} \quad (\text{V.20})$$

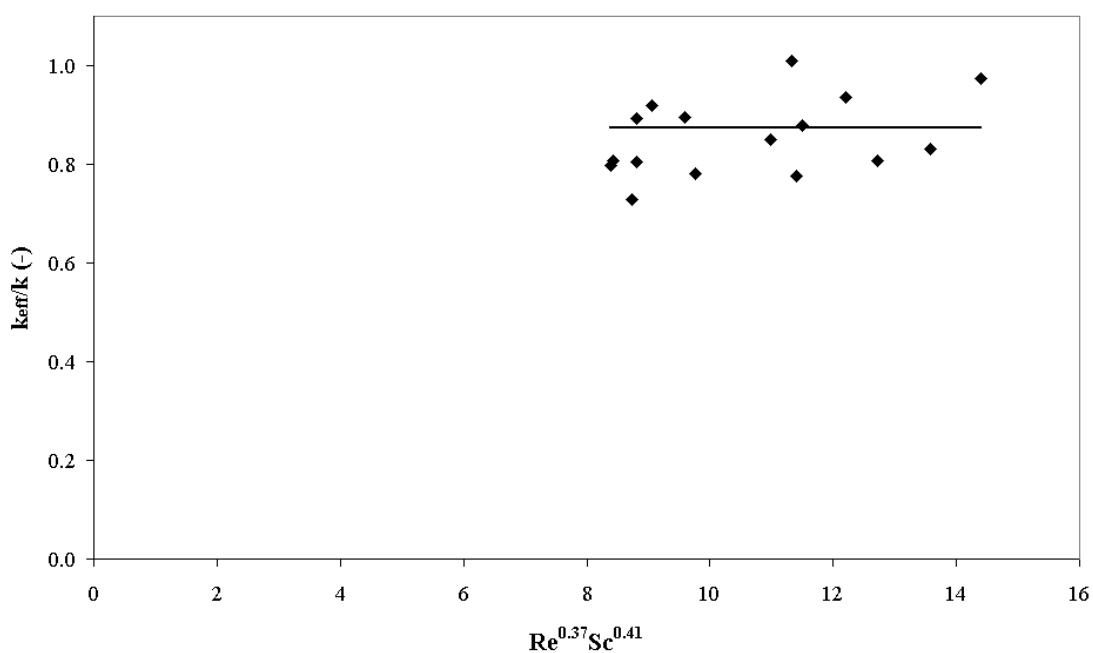
La Figure V.47 montre les valeurs obtenues pour le rapport  $k_{\text{eff}}/k$  en fonction du produit  $Re^{0.37}Sc^{0.41}$ . On observe globalement des valeurs comprises entre 0.7 et 1 avec une moyenne de 0.87. La part prise par les résistances intragranulaires est donc en moyenne de 13% en début de séchage. Ces valeurs constituent la part minimale des résistances intragranulaires. Celles-ci vont augmenter au fur et à mesure que le séchage progresse.

Il n'est pas possible de trouver une relation entre l'importance des résistances intragranulaires et les variables opératoires. Par contre, une analyse de régression

multilinéaire montre que le rapport  $Y_{\text{eff}}/Y_{\text{sat}}(T_h)$  qui peut être évalué à partir de l'Éq. V.20 diminue avec la température et augmente avec l'humidité absolue de l'air. L'assèchement de la paroi est donc accéléré par des températures croissantes et des humidités décroissantes.

**Tableau V.14 : Coefficients de transfert de matière ( $k_{\text{eff}}$ ) et de chaleur ( $h_{\text{eff}}$ ) déterminés à partir des essais de séchage sur la boue d'Embourg**

Numéro de l'essai	$k_{\text{eff}}$ (m/s)	$h_{\text{eff}}$ (W/m <sup>2</sup> °C)
1	0.050	43.9
2	0.076	67.1
3	0.078	68.3
4	0.050	51.4
5	0.058	56.8
6	0.065	66.2
10	0.050	39.3
11	0.066	52.5
12	0.072	57.1
13	0.054	47.9
14	0.058	51.4
16	0.039	39.0
17	0.054	56.1
19	0.052	37.4
20	0.068	49.2
21	0.074	52.8
22	0.046	40.4
23	0.075	65.2
25	0.043	43.5



**Figure V.47 : Rapport entre  $k_{\text{eff}}$  et  $k$  en fonction de  $Re^{0.37}Sc^{0.41}$ .**

### 3.2.6. Calcul de la capacité évaporatoire

Pour chaque essai de séchage, la capacité évaporatoire correspondant à l'élimination de 90% de l'eau présente initialement a été calculée. La Figure V.48 montre qu'il existe une relation linéaire entre la capacité évaporatoire et le flux maximal.

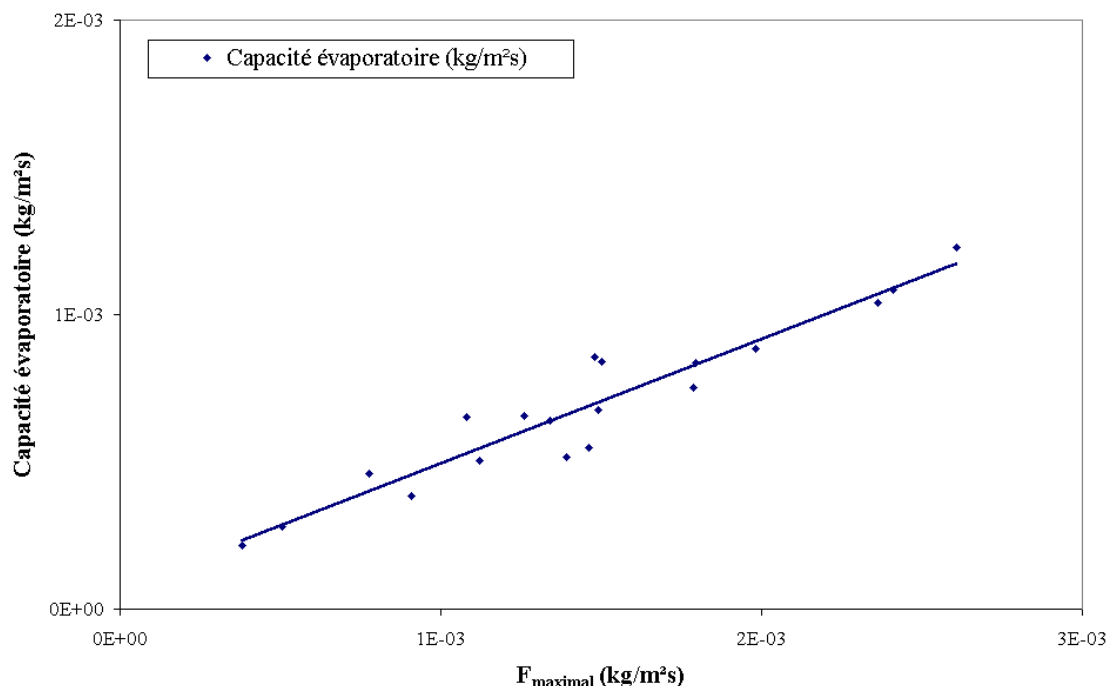


Figure V.48 : Capacité évaporatoire en fonction du flux maximal.

L'ordonnée à l'origine n'est pas significativement non nulle et la pente de la droite (0.42) est significativement inférieure à celle obtenue pour Retinne (0.59), indiquant que les capacités évaporatoires sont plus faibles pour la boue d'Embourg (Tableau V.15). On observe que la corrélation est moins bonne (dispersion plus importante des points autour de la droite).

Tableau V.15 : Paramètres de la droite d'ajustement de la capacité évaporatoire en fonction du flux maximal

	Valeur estimée du paramètre LC à 0.95	
Terme indépendant	$7.37 \cdot 10^{-5}$	$1.09 \cdot 10^{-4}$
Pente	0.42	0.07

### 3.3. Synthèse

Les courbes de flux matériel obtenues pour le séchage des boues de Retinne et d'Embourg diffèrent essentiellement par la présence (Retinne) ou l'absence (Embourg) d'un plateau à flux constant. Pour Embourg, l'absence du plateau et les valeurs de flux systématiquement inférieures à celles de Retinne se justifient par l'apparition presque immédiate de résistances intragranulaires au transfert.

Dans les deux cas, les trois variables opératoires possèdent une influence sur la cinétique avec une influence plus importante de la température par rapport à la vitesse superficielle et à l'humidité de l'air. Ces deux dernières variables ont une influence inverse (le flux augmente avec des vitesses croissantes et des taux d'humidité décroissants) et sont de même grandeur pour Embourg alors que l'influence de la vitesse est supérieure à celle de l'humidité dans le cas de Retinne.

L'analyse de l'influence des variables opératoires montre que pour chaque boue, il existe des limitations extragranulaires au transfert pendant une longue période. En fin de séchage, les courbes de flux de matière se superposent indiquant qu'il ne demeure plus que des résistances intragranulaires. Cette superposition s'effectue sous  $W/W_0 \cong 0.02$  à  $0.05$  pour Retinne et  $W/W_0 \cong 0.2$  pour Embourg.

Dans le cas de Retinne, dont les courbes de flux sont caractérisées par un plateau à flux constant, les coefficients de transfert peuvent être exprimés par l'intermédiaire de relations adimensionnelles. Pour Embourg, on peut déterminer un coefficient de transfert effectif dont la valeur est inférieure à celle calculée pour Retinne dans des mêmes conditions opératoires, indiquant un assèchement de la surface de l'échantillon consécutif à la présence de résistances intragranulaires. On peut considérer qu'en début de séchage, la part de ces résistances intragranulaires vaut en moyenne 17% de la résistance globale.

Une grandeur utile d'un point de vue procédé, la capacité évaporatoire, a été déterminée pour les essais réalisés sur les deux types de boue. On montre qu'il existe une relation linéaire entre la capacité évaporatoire et le flux au palier ou le flux maximal. Cette relation indique que l'essentiel du séchage se déroule lorsque les limitations extragranulaires au transfert sont prédominantes. Les capacités évaporatoires calculées sont plus grandes pour Retinne que pour Embourg, indiquant que des sècheurs plus volumineux seront nécessaires pour le séchage de la boue d'Embourg.

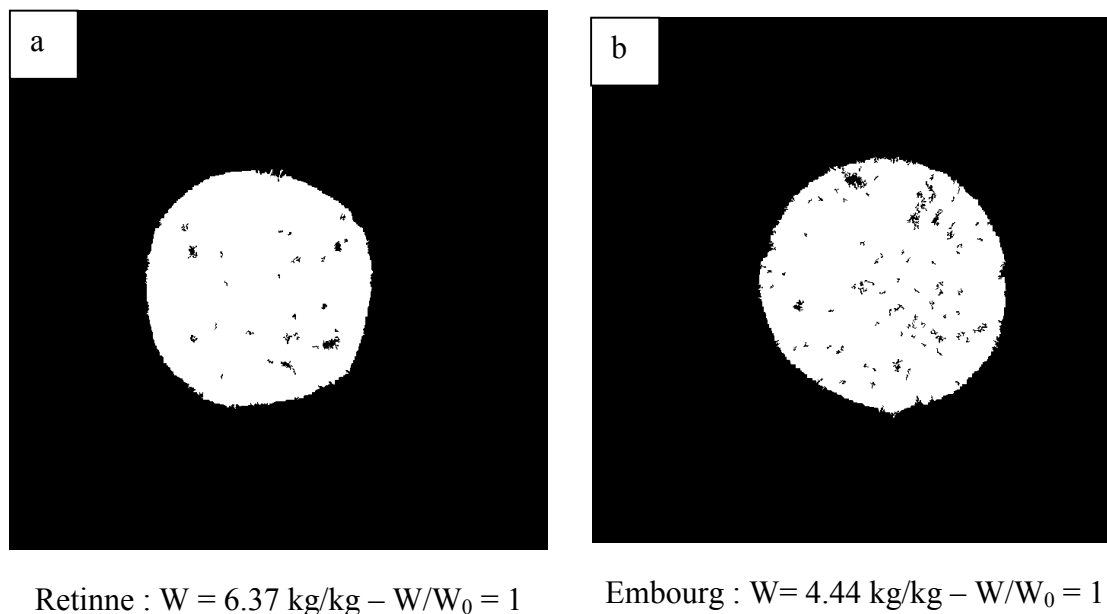
## 4. La fissuration

La microtomographie à rayons X permet de détecter de manière non-destructive l'apparition de fissures, autrement nommées crevasses, en cours de séchage. La quantification de ces fissures est effectuée par analyse d'images comme expliqué précédemment (chap. III, § 4.5.3 et § 4.8.)

Le phénomène de fissuration est illustré par les Figures V.49 à V.54. Il s'agit d'images binaires de sections transversales des deux boues correspondant à différents niveaux de séchage. Les images situées à gauche et à droite représentent respectivement des sections d'échantillons de boue de Retinne et d'Embourg séchés dans les conditions de l'essai 19 (cf. Tableaux V.2 et V.3).

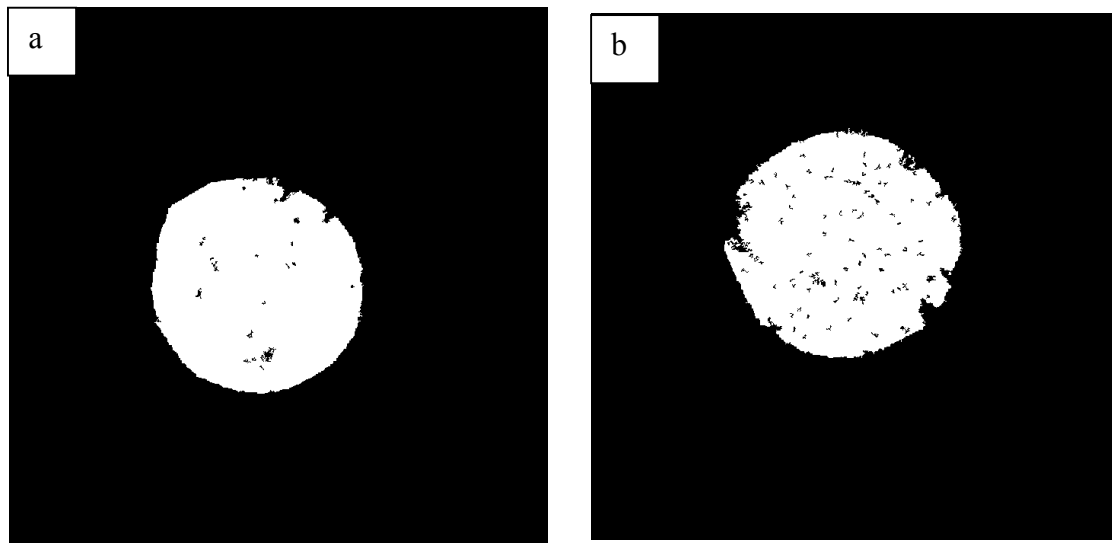
Jusque  $W/W_0 = 0.46$  (Retinne) et  $0.44$  (Embourg) on ne remarque pas de grandes différences entre les échantillons, hormis la présence plus importante de petites zones occupées par de l'air dans le cas d'Embourg. Sous ces valeurs par contre, on peut constater que pour Embourg une zone de vide centrale se développe pour prendre de l'ampleur jusqu'en fin de séchage. On remarque sur la Figure V.54b que la structure finale de la boue d'Embourg est formée d'une croûte périphérique, d'une épaisseur approximative de 2 mm, délimitant une zone de vide quasi-circulaire. Pour Retinne, la situation est différente. Sur la Figure V.54a, on aperçoit une série de fissures qui traversent l'échantillon, plus 'compact' que l'échantillon d'Embourg.

Une analyse plus détaillée des fissures en fin de séchage sera présentée au chapitre suivant.



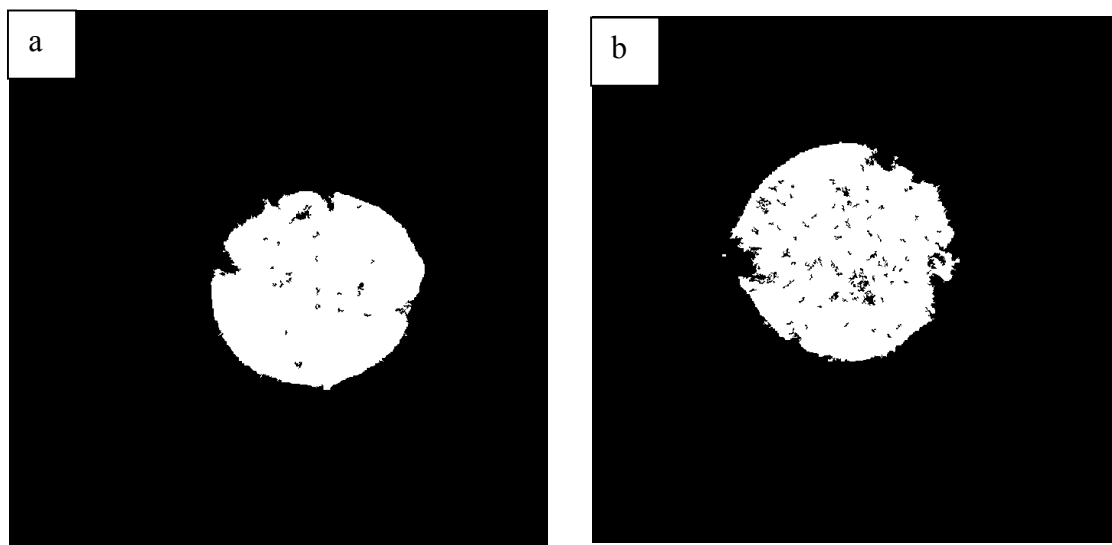
**Figure V.49 : Section transversale (a) d'un échantillon de Retinne et (b) d'un échantillon d'Embourg – Essai 19.**





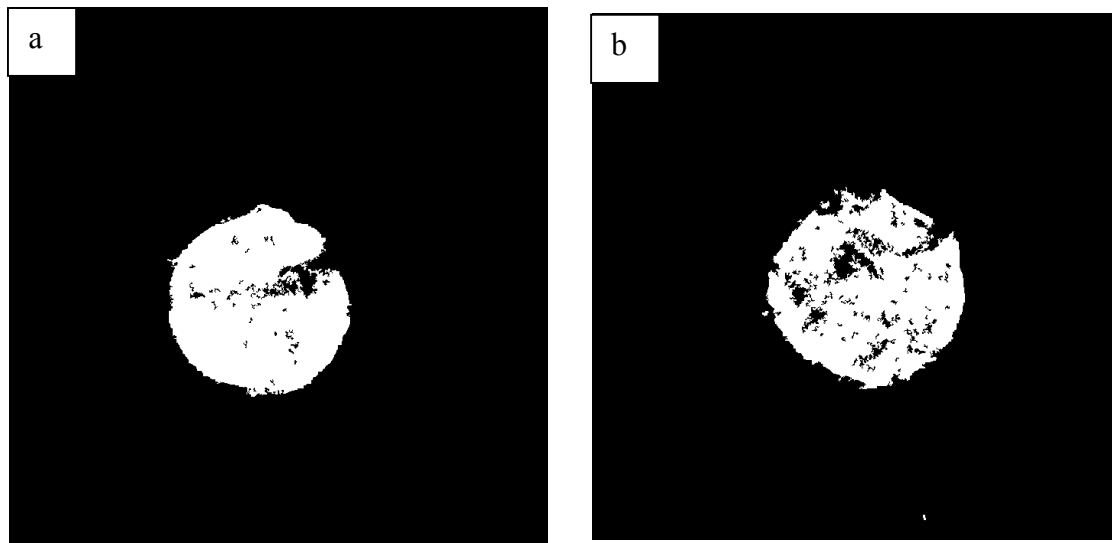
Retinne :  $W = 3.92 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.62$     Embourg :  $W = 2.75 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.62$

**Figure V.50 : Section transversale (a) d'un échantillon de Retinne et (b) d'un échantillon d'Embourg – Essai 19.**



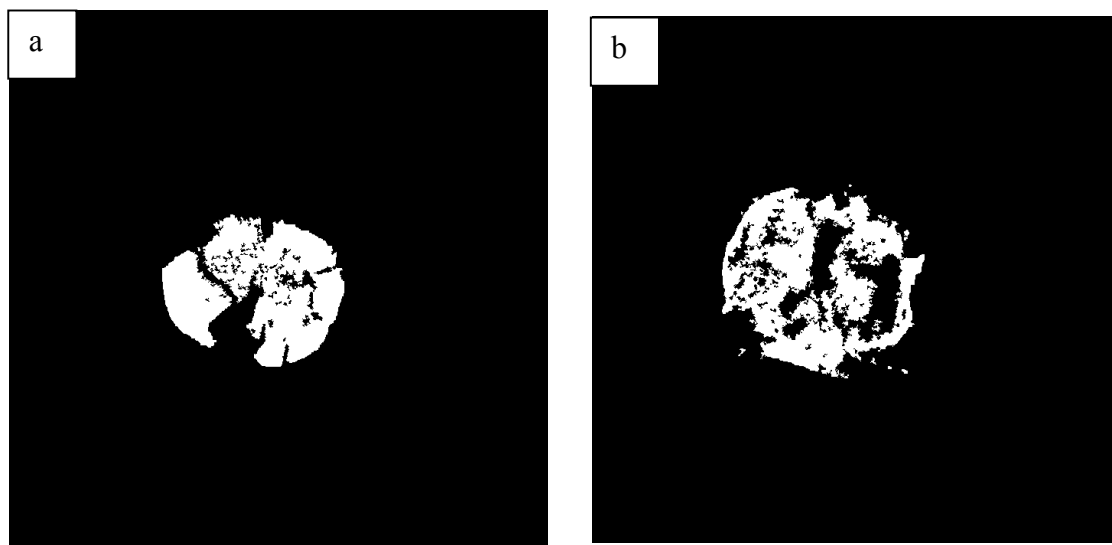
Retinne :  $W = 2.77 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.44$     Embourg :  $W = 2.03 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.46$

**Figure V.51 : Section transversale (a) d'un échantillon de Retinne et (b) d'un échantillon d'Embourg – Essai 19.**



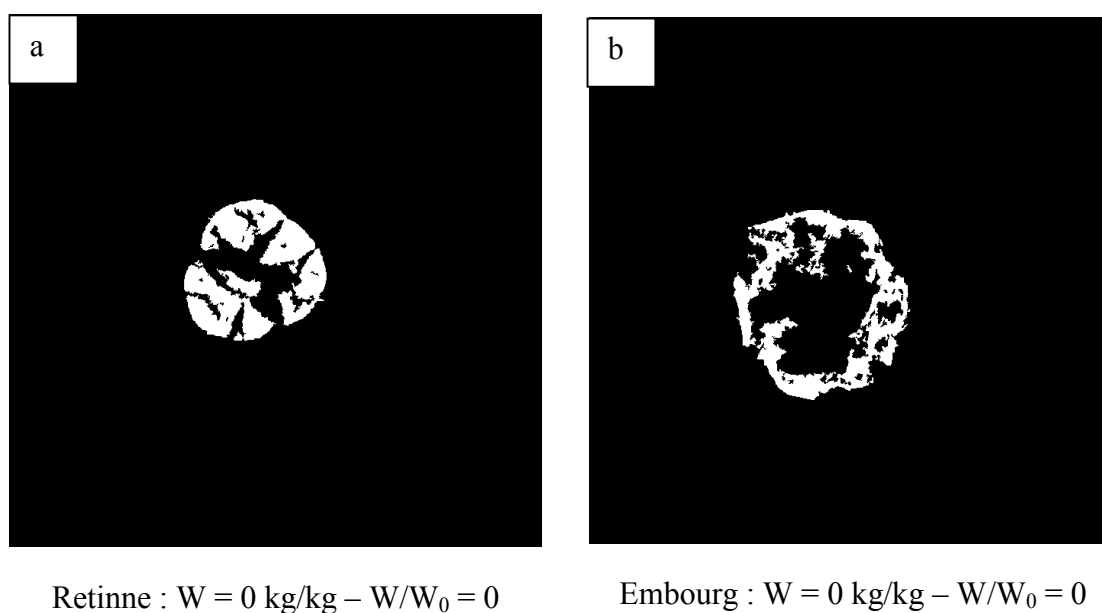
Retinne :  $W = 1.76 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.28$     Embourg :  $W = 1.41 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.32$

**Figure V.52 : Section transversale (a) d'un échantillon de Retinne et (b) d'un échantillon d'Embourg – Essai 19.**



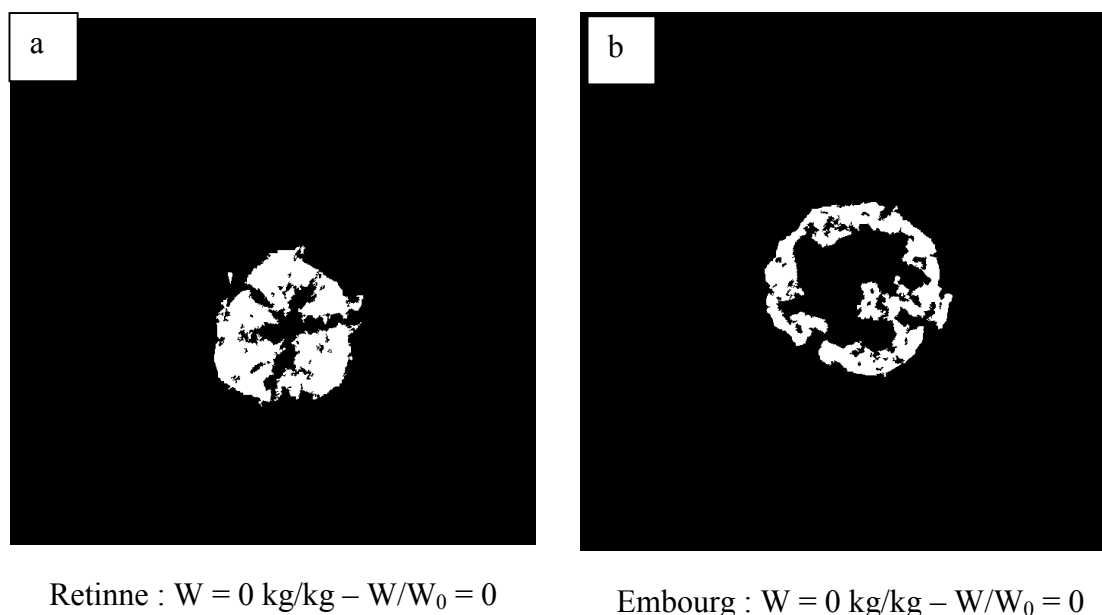
Retinne :  $W = 0.51 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.12$     Embourg :  $W = 0.51 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.12$

**Figure V.53: Section transversale (a) d'un échantillon de Retinne et (b) d'un échantillon d'Embourg – Essai 19.**



**Figure V.54 : Section transversale (a) d'un échantillon de Retinne et (b) d'un échantillon d'Embourg – Essai 19.**

Ces structures finales différentes se répètent pour tous les essais effectués. Les Figures 55a et 55b illustrent ces structures pour l'essai 10 (cf. Tableaux V.2 et V.3). Ces images montrent également que la taille finale de l'échantillon de Retinne est inférieure à celle de l'échantillon d'Embourg, conformément aux conclusions de l'analyse des courbes de retrait (§ 2.3.).



**Figure V.55 : Section transversale (a) d'un échantillon de Retinne et (b) d'un échantillon d'Embourg - Essai 10.**

Les paragraphes suivants abordent l'influence des conditions opératoires sur le développement des crevasses, pour la boue de Retinne dans un premier temps et la boue d'Embourg dans un second temps. La quantification des crevasses est effectuée selon la méthode décrite au chapitre III. Pour rappel, 'ratio crevasse' désigne le rapport entre la surface occupée par les zones de vide et la surface totale de la section après remplissage.

#### 4.1. Boue de Retinne

Les Figures V.56 à V.60 présentent des courbes d'évolution du ratio de crevasse en fonction de la teneur en eau normalisée pour différents jeux de variables opératoires. On constate que le ratio crevasse n'augmente pas significativement tant que  $W/W_0$  est supérieur à 0.3–0.4. Sous ces valeurs, le ratio crevasse augmente d'abord progressivement puis de manière plus rapide à partir de  $W/W_0$  proche de 0.1 à 0.2 pour atteindre une valeur maximale en  $W/W_0 = 0$ . On peut observer que les barres d'erreur sont grandes en fin de séchage. Ces barres d'erreur sont calculées à partir des mesures de ratio crevasse effectuées sur les différentes sections étudiées par microtomographie lors d'une interruption du séchage. Ceci reflète le caractère déformé de l'échantillon et le fait que l'importance des crevasses varie d'une section à l'autre. Les différentes figures mettent en évidence une influence des conditions opératoires sur le développement de ces fissures. Le développement des crevasses est retardé lorsque l'humidité absolue de l'air augmente (Figures V.56, V.57 et V.58), lorsque la vitesse superficielle diminue (Figure V.59) ou lorsque la température diminue (Figure V.60). Pour l'essai 8 de la Figure V.56, on observe pratiquement une droite horizontale. Le séchage avec un air fortement humidifié n'a pas pu être mené à son terme et, à l'interruption, pratiquement aucune crevasse ne s'était développée.

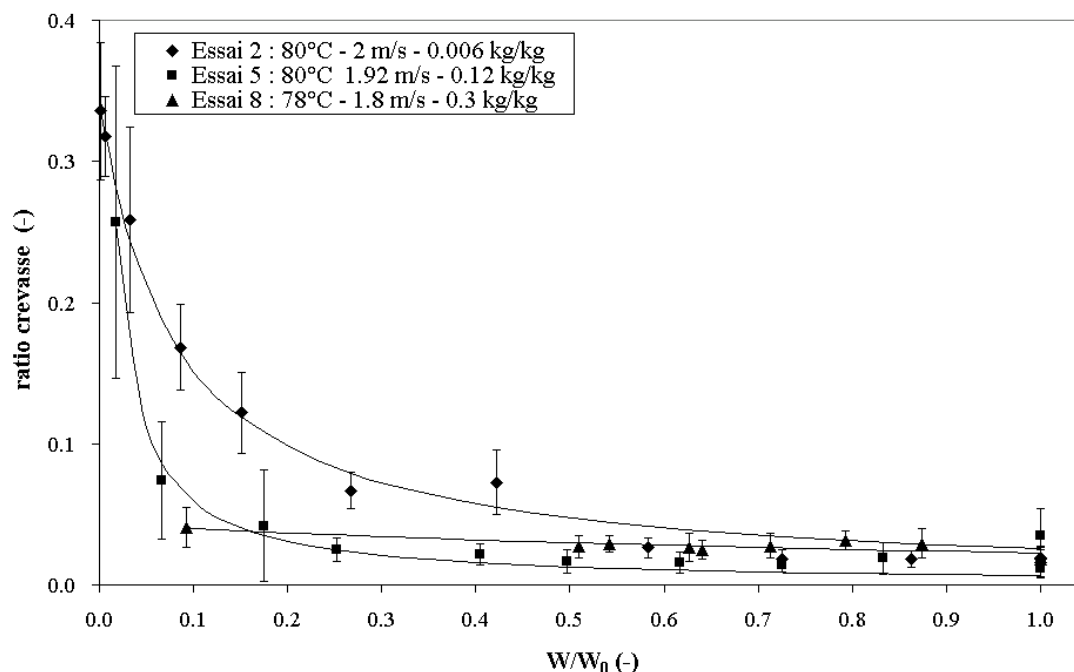


Figure V.56 : Influence de l'humidité de l'air sur le développement des fissures - Essais 2, 5 et 8 - Retinne.

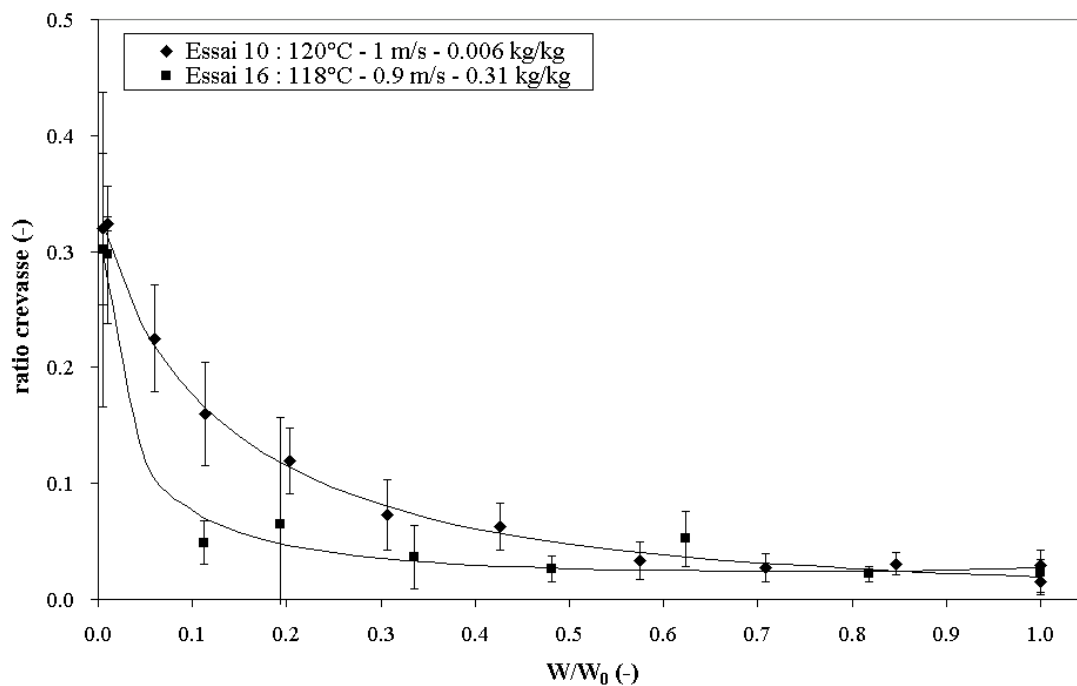


Figure V.57 : Influence de l'humidité de l'air sur le développement des fissures - Essais 10 et 16 - Retinne.

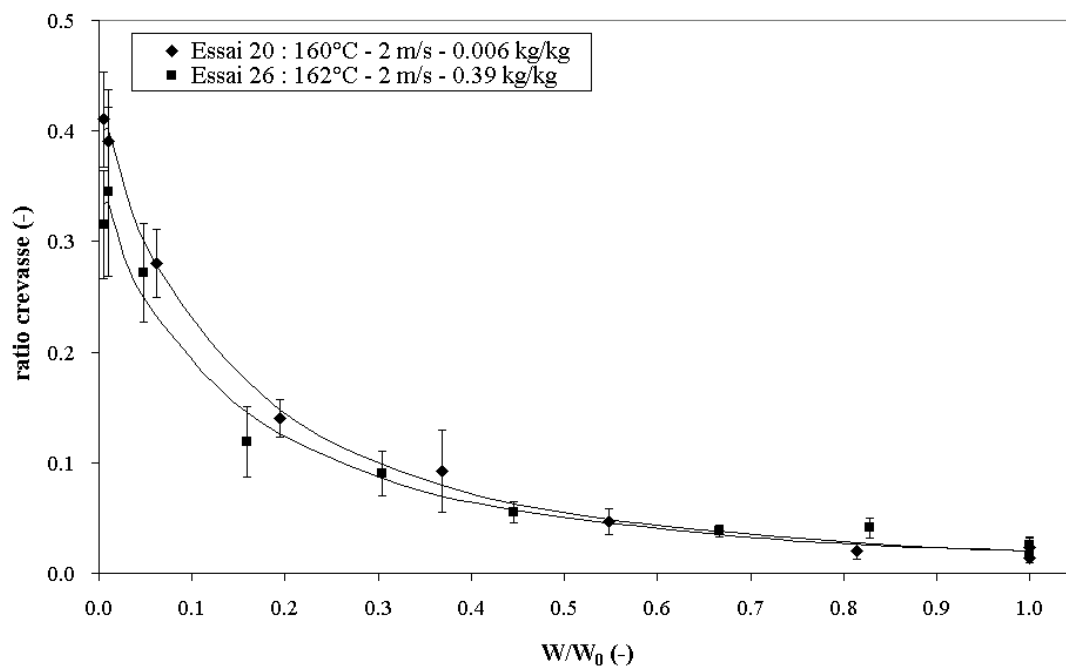


Figure V.58 : Influence de l'humidité de l'air sur le développement des fissures - Essais 20 et 26 - Retinne.

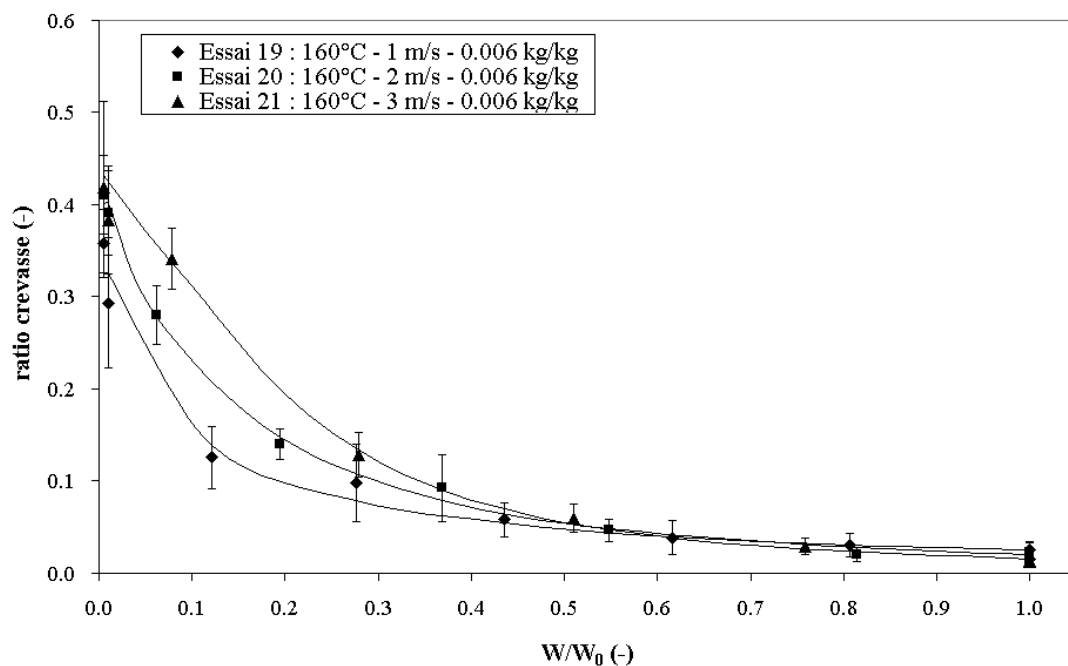


Figure V.59 : Influence de la vitesse superficielle sur le développement des fissures - Essais 19, 20 et 21 - Retinne.

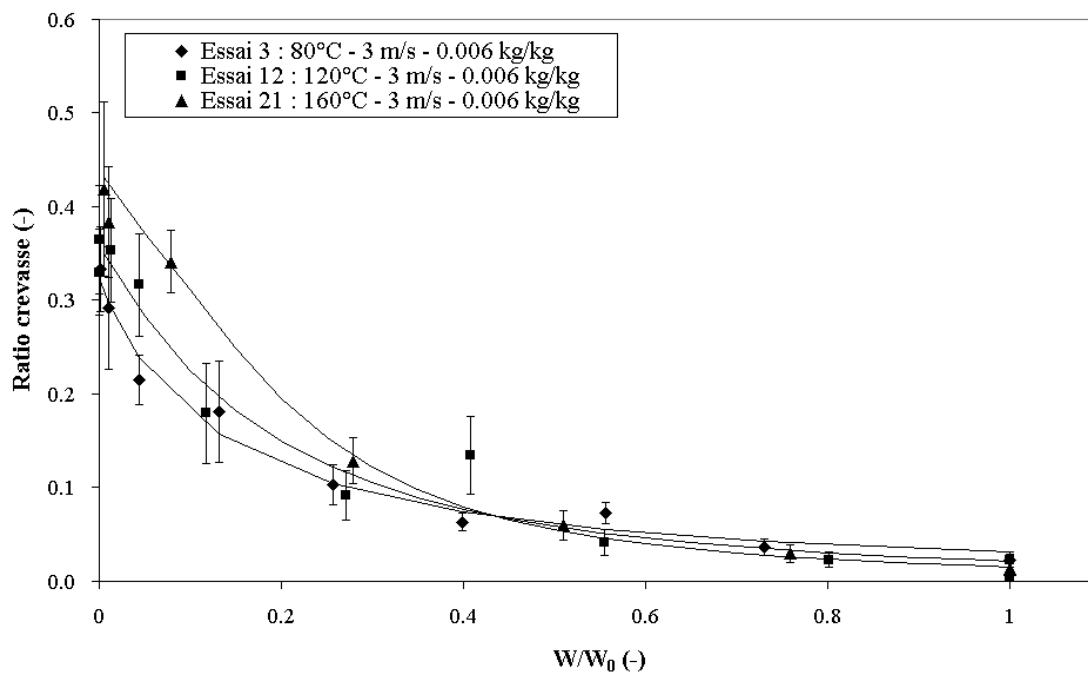


Figure V.60 : Influence de la température sur le développement des fissures - Essais 3, 12 et 21 - Retinne.

Une loi empirique hyperbolique (Éq. V.21) permet de modéliser les courbes obtenues. Dans cette équation, B représente l'inverse du ratio de crevasse final en  $W/W_0 = 0$ , et le rapport A/B correspond à la pente de la courbe en  $W/W_0 = 0$ . Le paramètre A peut être relié au caractère 'aplati' de la courbe comme illustré pour des courbes fictives sur la Figure V.61. Lorsque A augmente, le ratio crevasse correspondant à un même  $W/W_0$  diminue et le développement des crevasses est retardé.

$$\text{ratio crevasse} = \frac{1}{A \frac{W}{W_0} + B} \quad (\text{V.21})$$

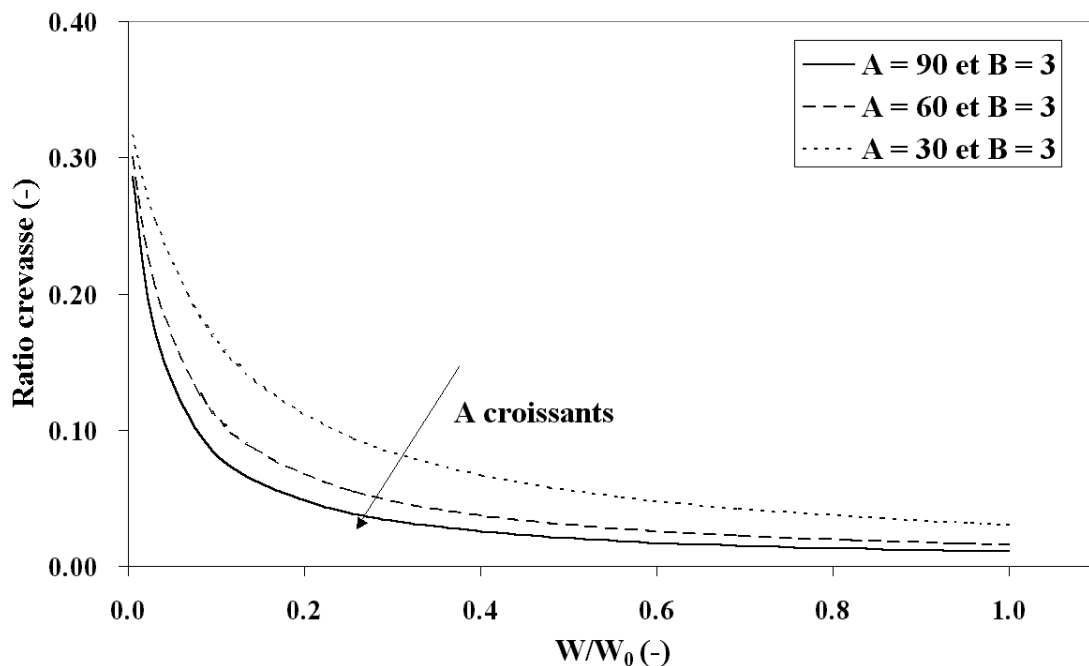


Figure V.61 : Influence du paramètre A sur l'allure des courbes de développement de crevasses modélisées par l'Éq. V.21.

L'Éq. V.21 a été ajustée sur les différentes séries de points expérimentaux ainsi qu'illustré aux Figures V.56 à V.60. Les valeurs des paramètres A et B correspondant à ces différents ajustements sont reprises dans le Tableau V.16. Hormis pour l'essai 13, les paramètres sont significativement différents de zéro. Les valeurs prises par le paramètre B sont très proches indiquant que le taux final de crevasse est pratiquement constant (entre 30 et 40%). La seule exception ( $B = 22.7$  pour l'essai 8) correspond à un séchage qui n'a pu être mené à terme et donc pour lequel le développement des crevasses n'est pas terminé.

**Tableau V.16 : Paramètres A et B de l'ajustement sur les courbes de ratio crevasse - Retinne**

Numéro de l'essai	A	LC à 95%	B	LC à 95%
1	<b>42</b>	14	<b>3.1</b>	0.4
2	<b>36</b>	6	<b>2.9</b>	0.2
3	<b>26</b>	7	<b>3.1</b>	0.3
4	<b>109</b>	64	<b>5.2</b>	3.6
5	<b>154</b>	56	<b>1.3</b>	1.1
8	<b>21</b>	10	<b>22.7</b>	5.6
10	<b>30</b>	4	<b>3.1</b>	0.2
11	<b>43</b>	12	<b>3.1</b>	0.4
12	<b>22</b>	10	<b>2.7</b>	0.3
13	45	97	<b>5.7</b>	3.7
14	<b>45</b>	34	<b>3.7</b>	0.7
15	<b>35</b>	21	<b>3.2</b>	0.6
16	<b>84</b>	42	<b>3.3</b>	0.3
17	<b>41</b>	10	<b>2.7</b>	0.2
19	<b>35</b>	13	<b>3.1</b>	0.3
20	<b>24</b>	7	<b>2.5</b>	0.2
21	<b>18</b>	11	<b>2.4</b>	0.4
22	<b>38</b>	6	<b>2.7</b>	0.1
23	<b>31</b>	14	<b>2.3</b>	0.7
24	<b>16</b>	8	<b>2.4</b>	0.4
25	<b>32</b>	12	<b>3.1</b>	0.4
26	<b>28</b>	8	<b>3.0</b>	0.3
27	<b>28</b>	7	<b>3.2</b>	0.2

La Figure V.62 (échelle log-log) montre qu'il existe une relation entre le paramètre A du modèle (Éq. V.21) et le flux de séchage pendant la phase de séchage à flux constant  $F_c$  : A augmente lorsque  $F_c$  diminue. Ceci signifie que le développement des crevasses est retardé (A augmente) lorsque le flux de séchage au plateau diminue, c'est-à-dire que les conditions de séchage sont douces. Cette relation entre le paramètre A et le flux va dans le sens des observations effectuées sur les Figures V.56 à V.60.



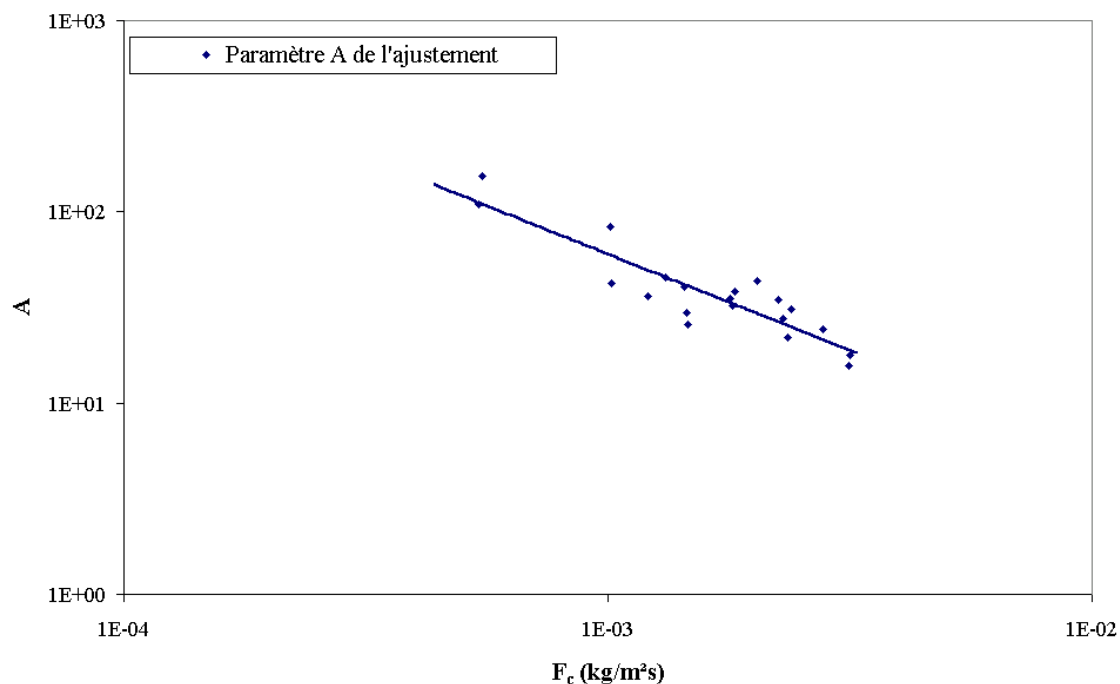


Figure V.62 : Évolution du paramètre A de l'ajustement du modèle décrit par l'Éq. 15 sur les courbes de développement de crevasses en fonction du flux au palier  $F_c$  - Retinne.

## 4.2. Boue d'Embourg

Une partie des courbes de ratio crevasse obtenues lors du séchage d'échantillons de boue d'Embourg sont présentées sur les Figures V.63 à V.65. Par rapport à Retinne, on constate que le ratio crevasse commence à augmenter significativement lorsque  $W/W_0$  devient inférieur à 0.4 à 0.6. L'augmentation est progressive jusqu'en fin de séchage.

Les Figures V.63 et V.64 illustrent l'effet de la température sur le développement des crevasses. Lorsque la température de l'air passe de 80 à 120°C, l'augmentation de la fraction de vide pour un même  $W/W_0$  est clairement visible. L'effet du passage de 120°C à 160°C est plus marqué sur la Figure V.64 que sur la Figure V.63. La Figure V.65 montre l'influence de l'humidité de l'air. L'effet de l'humidité semble moins marqué que celui de la température. On peut remarquer une baisse de l'importance des crevasses pour le taux d'humidité le plus haut (0.39 kg/kg). Au taux intermédiaire (0.22 kg/kg), l'ajout de vapeur n'a pratiquement aucun effet.

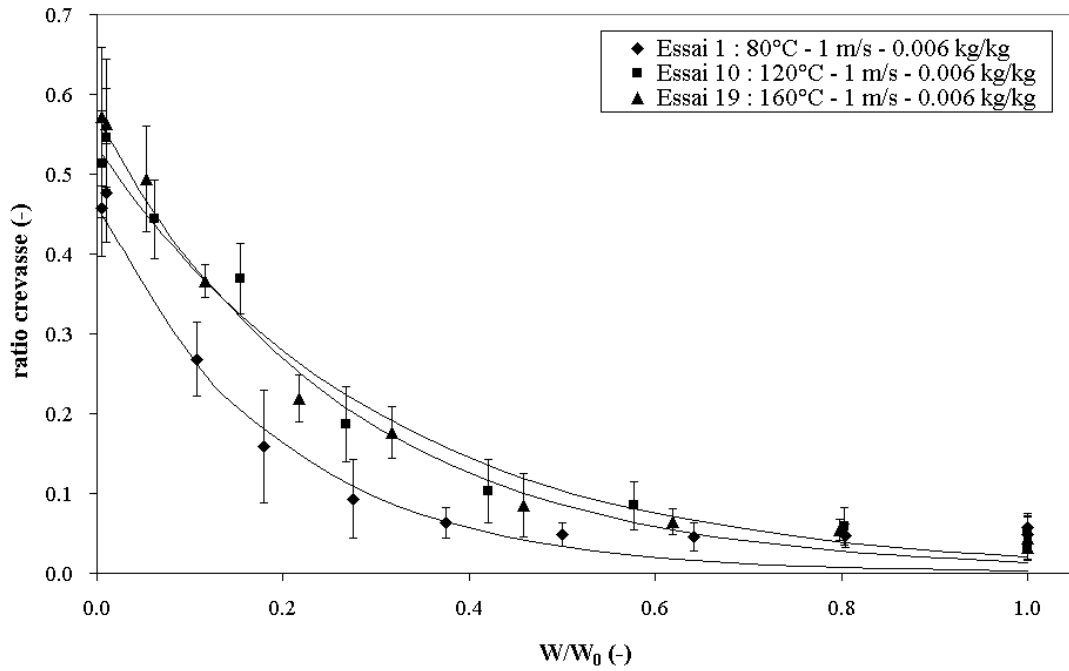


Figure V.63 : Influence de la température de l'air sur le développement des fissures – Essais 1, 10, 19 - Embourg.

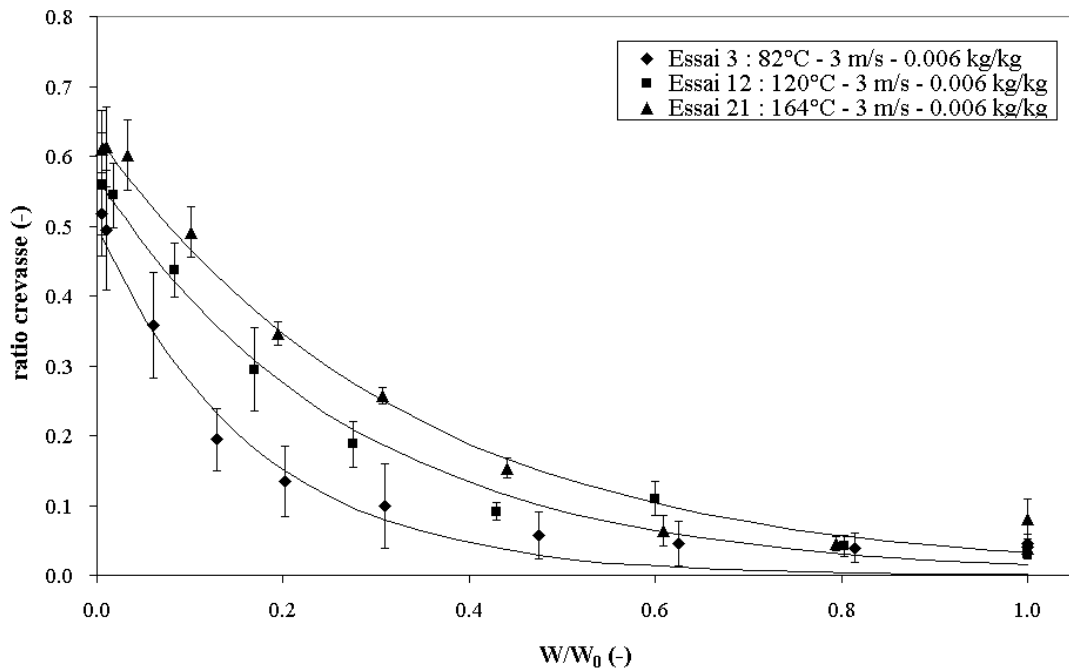


Figure V.64 : Influence de la température de l'air sur le développement des fissures – Essais 1, 12, 21 - Embourg.

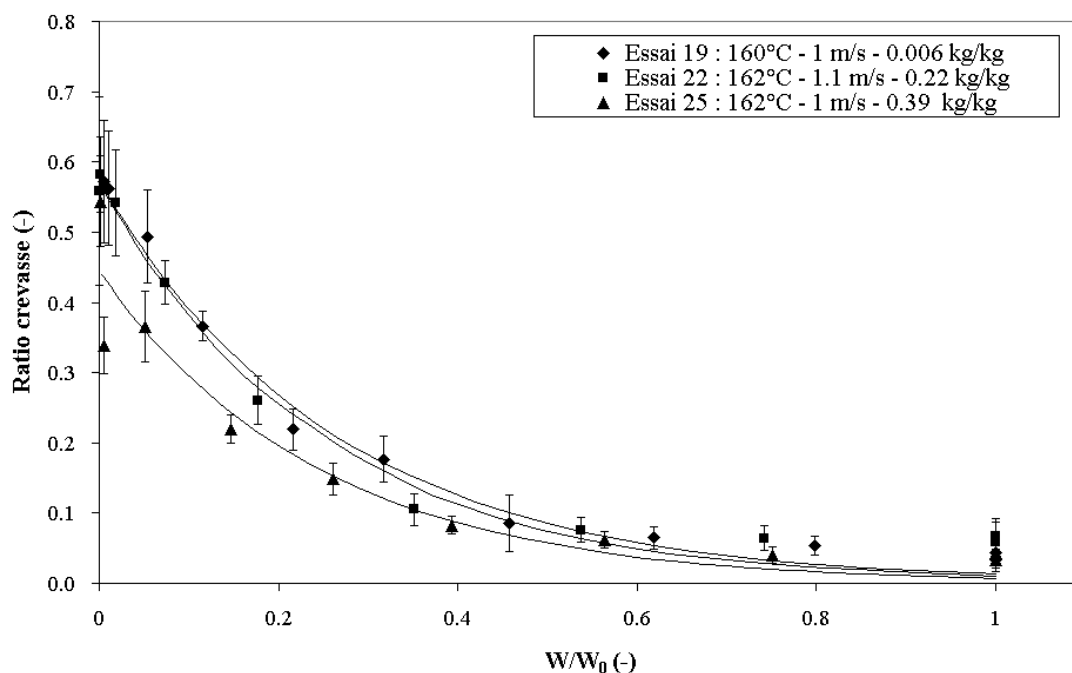


Figure V.65 : Influence de l'humidité de l'air sur le développement des fissures – Essais 19, 22, 25 - Embourg.

Les courbes d'évolution du ratio de crevasse observées pour les échantillons d'Embourg peuvent être également modélisées par une loi hyperbolique (Éq. V.21).

Les résultats de l'ajustement sont indiqués dans le Tableau V.17. On constate que tous les paramètres sont significativement différents de zéro. Par rapport aux valeurs de Retinne, on observe que le paramètre B obtenu sur les échantillons d'Embourg est en moyenne plus faible (2.1 contre 3.9) signifiant qu'en fin de séchage la fraction de crevasse est plus élevée (50 à 60%). Ce dernier point confirme les observations visuelles des images binaires des sections transversales (Figures V.54 et V.55).

Par analogie avec Retinne, on peut tenter de relier le paramètre A au flux maximal (en l'absence de période à flux constant). La Figure V.66 permet de comparer l'évolution du paramètre A avec  $F_c$  ou le flux maximal pour les deux boues. Dans les deux cas, le paramètre A diminue lorsque le flux augmente, indiquant que le développement des crevasses est plus précoce lorsque le flux maximal augmente. On peut en outre remarquer que les valeurs de A sont systématiquement plus faibles pour Embourg, ce qui signifie que les crevasses se développent plus tôt ou sont plus importantes.

Tableau V.17 : Paramètres A et B de l'ajustement sur les courbes de ratio crevasse - Embourg

Numéro de l'essai	A	LC à 95%	B	LC à 95%
1	23	6	2.1	0.2
2	19	4	1.9	0.1
3	23	5	1.9	0.1
4	25	10	2.8	1.4
5	22	3	2.2	0.1
6	30	3	2.0	0.1
8	18	5	6.6	1.5
10	11	5	1.8	0.3
11	13	4	1.9	0.2
12	12	4	1.7	0.2
13	19	4	1.9	0.1
14	15	4	1.6	0.2
15	14	5	1.7	0.2
16	23	7	2.1	0.2
17	22	5	2.1	0.2
18	22	7	1.8	0.2
19	13	4	1.7	0.2
20	15	5	1.7	0.2
21	9	3	1.5	0.2
22	13	4	1.7	0.1
23	14	6	1.7	0.2
24	12	5	1.7	0.2
25	19	11	2.1	0.4
26	15	5	1.9	0.2
27	11	5	1.9	0.2

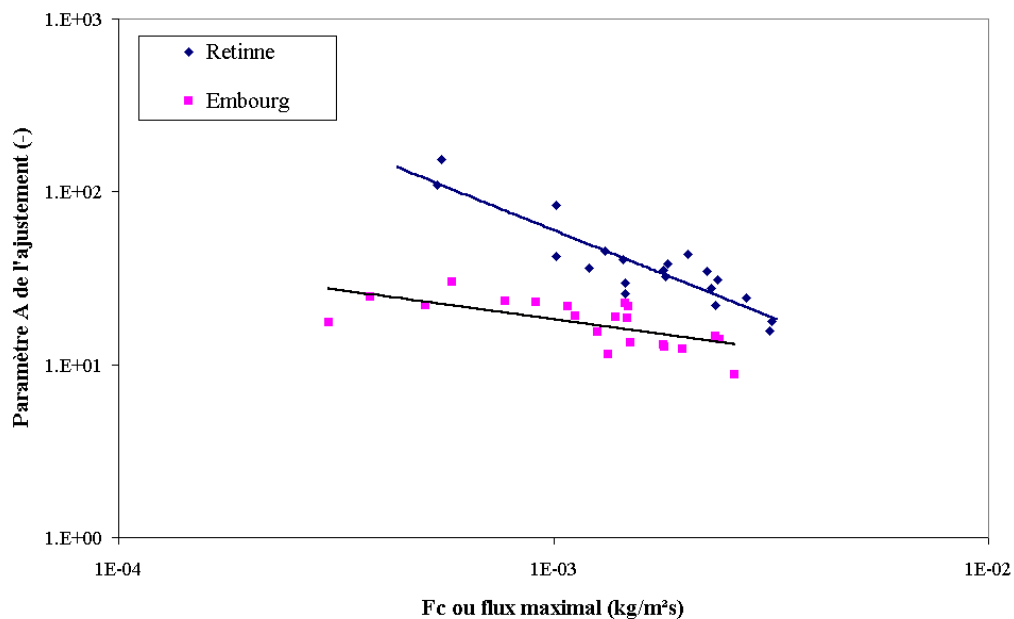


Figure V.66 : Relation entre le paramètre A et le flux maximal – Retinne et Embourg.

### 4.3. Synthèse et discussion

La tomographie à rayons X permet de détecter l'apparition de fissures et de les quantifier. L'observation des coupes transversales et des courbes de ratio crevasse indique que le phénomène de fissuration prend de l'ampleur lorsque  $W/W_0$  devient inférieur à 0.3-0.4 pour Retinne et à 0.4-0.6 pour Embourg. En fin de séchage, on constate que le ratio de crevasse est en moyenne supérieur dans les échantillons d'Embourg (50 à 60% contre 30 à 40%). Ceci peut être relié au fait que les boues d'Embourg se rigidifient plus rapidement et se fissurent plus vite. On a pu en effet constater en début de chapitre que les échantillons d'Embourg présentaient un retrait plus faible que les boues de Retinne. La plus grande importance des fissures peut également être reliée au fait que des limitations intragranulaires apparaissent pratiquement dès le début du séchage des échantillons de boue d'Embourg.

La fissuration est en général attribuée à un dépassement d'une contrainte mécanique critique que le matériau soumis au séchage peut supporter (Colina et al., 2000 ; Augier et al., 2002). Ces contraintes naissent suite à un retrait non uniforme qui résulte lui-même de distributions non uniformes d'humidité et de température au sein du solide (Tsudaka et al., 1991 ; Izumi et Hayakawa, 1995). On s'attend donc à ce que les variables opératoires qui ont une influence sur la présence de gradients d'humidité et de température au sein du matériau aient des répercussions sur la fissuration.

Liu et al. (1997) ont étudié l'influence de différentes variables sur le temps de formation de crevasses lors du séchage d'échantillons cylindriques de produits agroalimentaires. Ils trouvent que les facteurs les plus importants sont l'humidité de l'air, la température de l'air et l'humidité initiale du produit et dans une moindre mesure les coefficients de transfert de matière et de chaleur. Hormis pour l'humidité initiale, l'influence des variables est liée à leur contribution au nombre de Biot matériel. En effet, le nombre de Biot est une mesure du rapport entre les résistances extragranulaires et intragranulaires au transfert et peut être relié aux gradients de concentration en eau dans le matériau humide. Plus le nombre de Biot est grand, plus les résistances intragranulaires deviennent importantes, avec pour conséquence la formation de gradients d'humidité au sein du matériau qui peuvent entraîner la fissuration. Autrement dit, le choix de variables opératoires contribuant à un nombre de Biot faible a pour effet de retarder l'apparition des crevasses. Pour ces auteurs la diminution du nombre de Biot est surtout liée à une augmentation de l'humidité de l'air.

Cet effet de l'humidification de l'air sur le développement des crevasses est observé pour les deux types de boue (Figures V.56, V.57, V.58, V.65). L'influence marquée de la température dans le cas d'Embourg pourrait être attribué à un phénomène de croûtage. La relation trouvée pour les deux boues entre le paramètre d'ajustement des courbes de ratio crevasse  $A$  et le flux au palier (Retinne) ou le flux maximal (Embourg) tend à montrer qu'un séchage rapide va engendrer un assèchement plus rapide de la surface et la présence de gradients d'humidité plus marqués au sein du matériau qui vont accélérer le développement de crevasses.

## 5. Profils d'humidité

Ainsi qu'expliqué au chapitre III, il est possible de déterminer des profils d'humidité à l'intérieur du solide à partir d'une analyse des niveaux de gris des images des sections obtenues par microtomographie. L'analyse des niveaux de gris est effectuée en divisant l'échantillon en anneaux successifs d'une épaisseur (direction radiale) de 5 pixels ou 0.205 mm et en y calculant le niveau de gris moyen. Une courbe de calibrage permet de passer du niveau de gris moyen de l'anneau à la teneur en humidité du matériau.

A partir de ces profils il est possible de calculer des gradients d'humidité à la paroi. L'importance et l'apparition de ces gradients doivent pouvoir être reliées à l'importance des résistances intragranulaires ainsi qu'au développement des crevasses.

### 5.1. Boue de Retinne

Le passage du niveau de gris à la teneur en eau nécessite l'emploi d'une droite de calibrage. Celle utilisée pour les échantillons de boue de Retinne a été présentée précédemment lors de la description de la méthode (chap. III, § 4.5.3.2).

La Figure V.67 représente les profils obtenus lors de l'essai 10 (cf. Tableau V.2). Le premier point de chaque profil a été éliminé. Comme expliqué au chapitre III, ce point se situe systématiquement plus haut que les autres pour un même profil, sans doute suite au processus de traitement des images. On constate sur la Figure V.67 qu'un gradient non nul à la paroi est détecté pour des valeurs de  $W/W_0$  inférieures à 0.57. Au-dessus de cette valeur, l'humidité du matériau est quasi uniforme. Cette uniformité indique que les transferts sont exclusivement limités par des résistances extragranulaires : la surface est continûment alimentée en liquide depuis l'intérieur du solide. On peut observer que la condition de symétrie est respectée : aux erreurs près, les profils sont quasi plats au centre de l'échantillon.

En théorie, le profil d'humidité doit être parfaitement plat et nul en fin de séchage ( $W/W_0 = 0$ ). Dans la réalité on constate que ce n'est pas le cas. Ceci est lié à la fois à la dispersion des valeurs autour de la droite de calibrage aux faibles valeurs de  $W/W_0$  et à des erreurs dans l'estimation du ratio de crevasse. En effet, pour obtenir les profils, les niveaux de gris sont rapportés à la fraction de matériau humide. Lorsque cette fraction est faible, c'est-à-dire quand les fissures sont nombreuses, l'opération de division est délicate et sensible à de faibles erreurs. En pratique cela signifie que les profils correspondant à des valeurs de  $W/W_0$  inférieures à 0.15 ne seront pas exploitables.

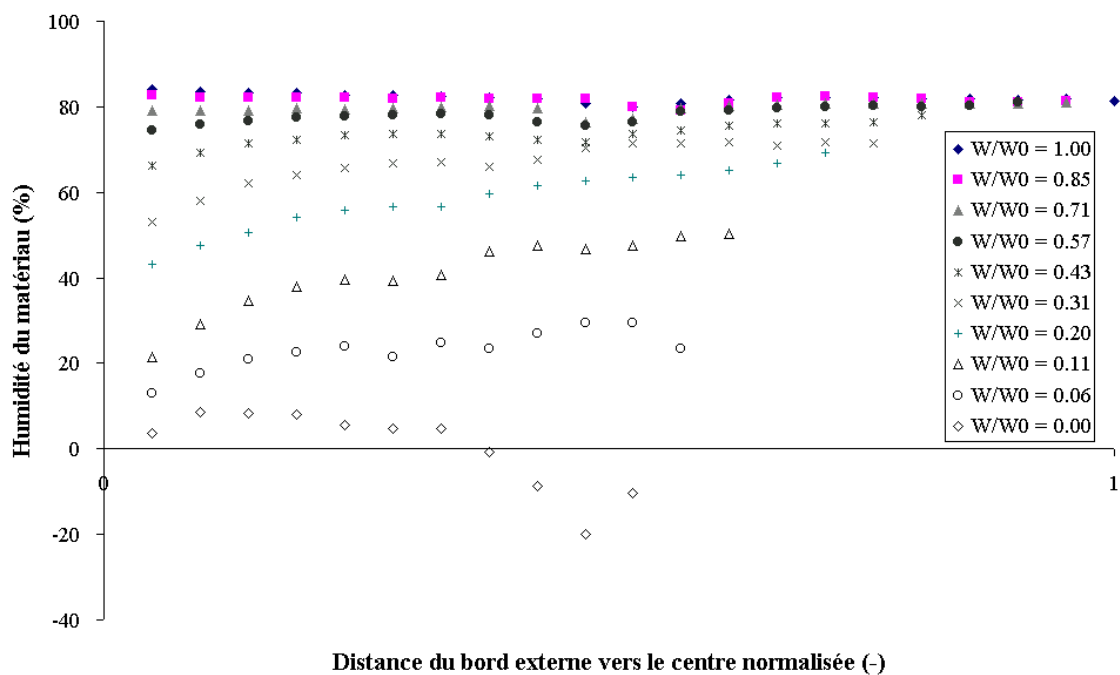


Figure V.67 : Profils d'humidité – Essai 10 - Retinne.

La Figure V.68 représente les profils obtenus pour l'essai 16 (cf. Tableau V.2). Celui-ci diffère de l'essai 10 par le taux d'humidité de l'air qui est plus important. On remarque que l'apparition de profils est retardée : un gradient à la paroi est visible à partir de  $W/W_0 = 0.48$  au lieu de 0.57.

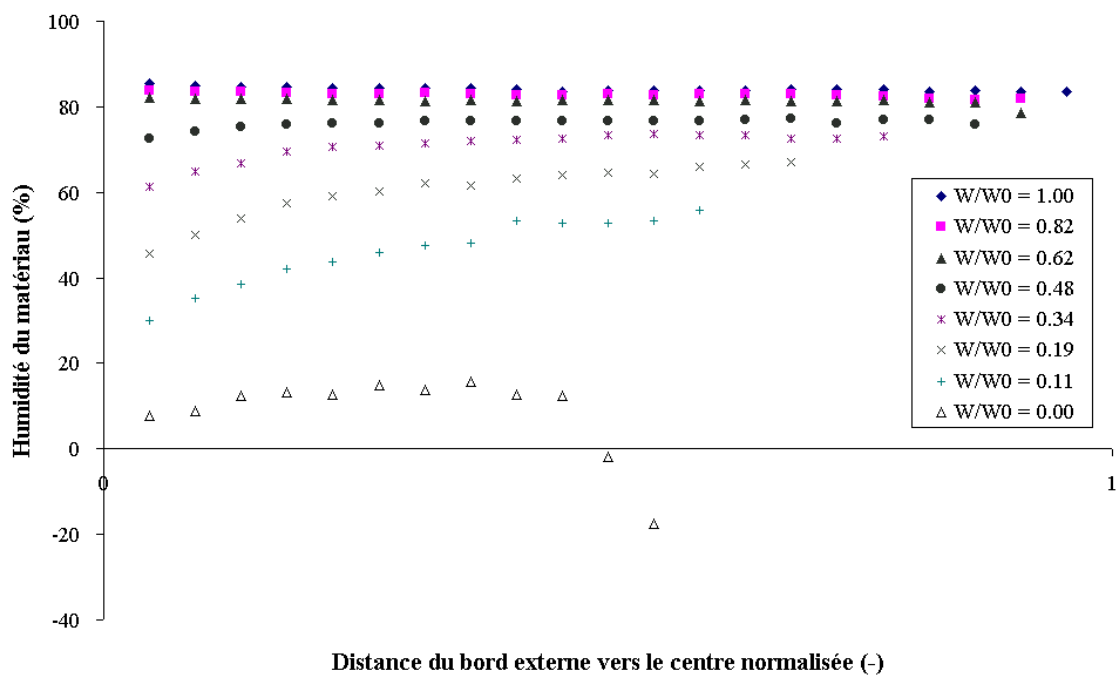


Figure V.68 : Profils d'humidité – Essai 16 – Retinne.

Les gradients d'humidité à la paroi sont déterminés en lissant les 5-6 points les plus proches de la paroi par une quadrique (Figure V.69, cas de l'essai 10). Après élimination du premier point qui pose problème, les profils sont déplacés vers la gauche de manière à situer le premier point à la paroi. On fait donc l'hypothèse que le gradient calculé en éliminant le premier point et en décalant les courbes peut être extrapolé à la surface du solide. Le gradient à la surface du matériau est donné par la dérivée de la quadrique ajustée.

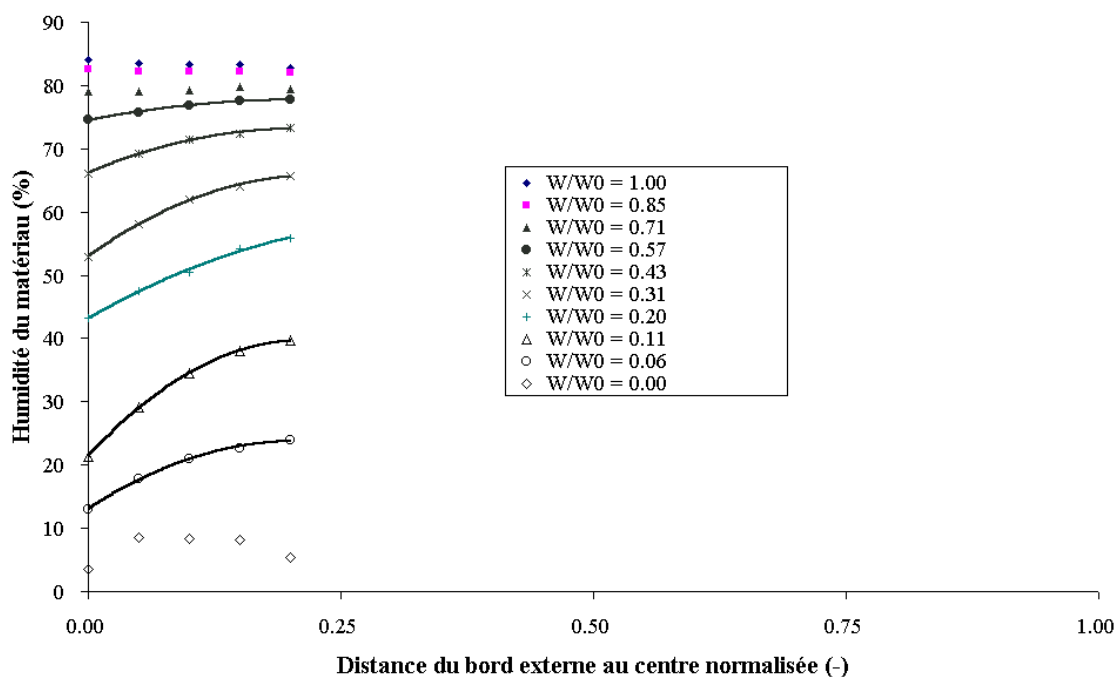


Figure V.69 : Ajustement de quadriques pour déterminer le gradient à la paroi – Essai 10 - Retinne.

Les résultats de la quantification des gradients à la paroi en fonction de  $W/W_0$  pour les essais 10 et 16 (cf. Tableau V.2) sont représentés sur la Figure V.70. On observe que le gradient à la paroi est nul en début de séchage, puis augmente pour retourner à une valeur nulle lorsque l'échantillon est totalement sec.

Sur la Figure V.70, on peut remarquer d'une part que les gradients se développent plus tardivement pour l'essai 16 et d'autre part que leur valeur est inférieure pour un même  $W/W_0$ . Ces observations peuvent être reliées à la fissuration (Figure V.57). Pour l'essai 16 le développement des fissures est retardé par rapport à l'essai 10. Ce parallèle montre que le développement des crevasses est lié à celui des gradients d'humidité.

Cette observation se confirme sur les Figures V.71 et V.72 que l'on peut comparer avec les Figures V.58 et V.59. Dans les deux cas, on observe que le retardement du développement des crevasses est lié à un retardement de l'apparition des gradients d'humidité.



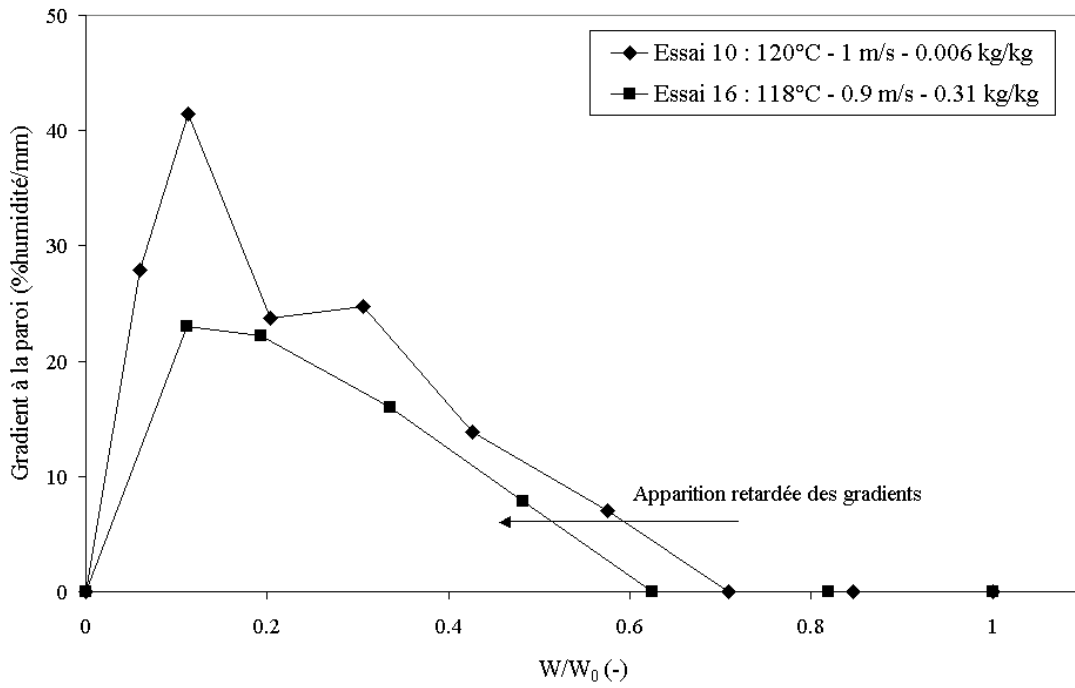


Figure V.70 : Gradient à la paroi en fonction de  $W/W_0$  – Essais 10 et 16 - Retinne.

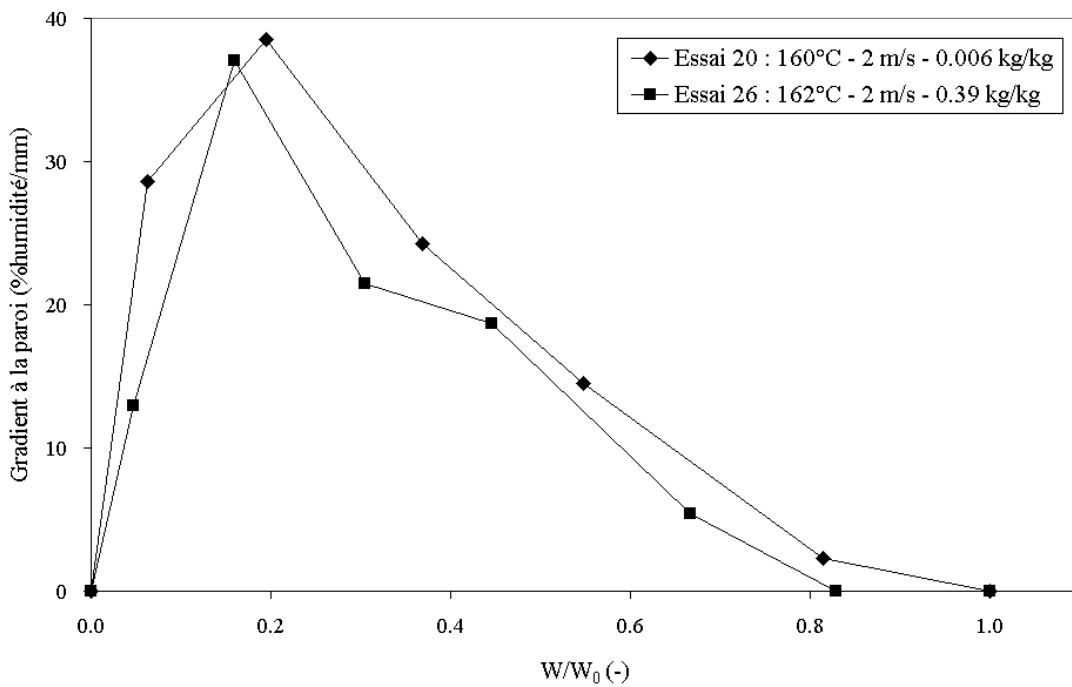


Figure V.71 : Gradient à la paroi en fonction de  $W/W_0$  – Essais 20 et 26 - Retinne.

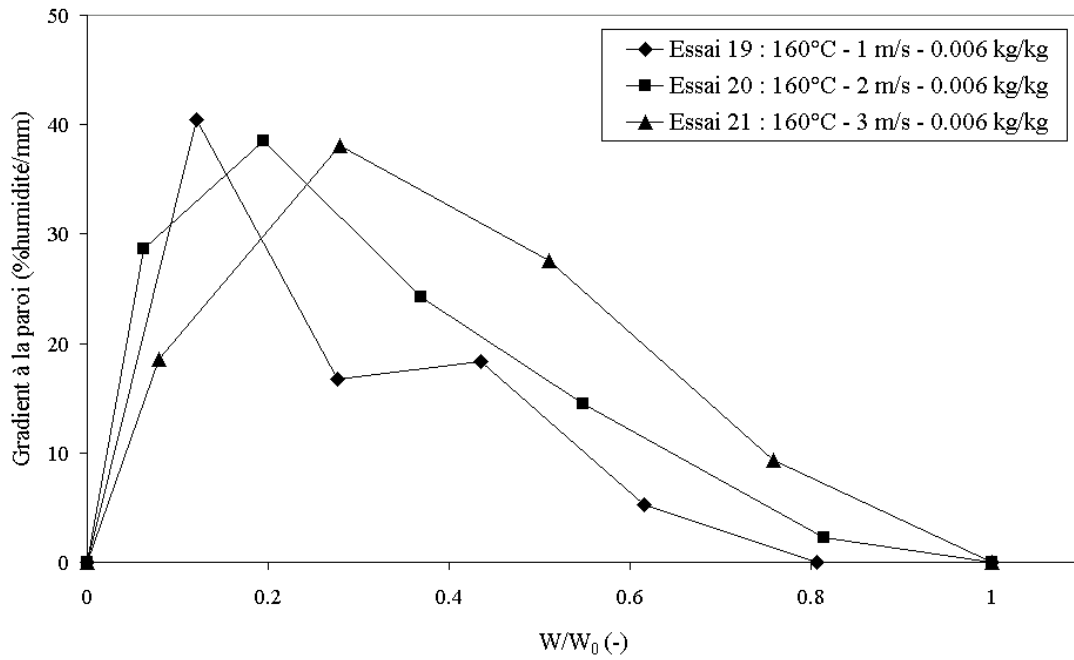


Figure V.72 : Gradient à la paroi en fonction de  $W/W_0$  – Essais 19, 20 et 21 - Retinne.

Ce lien entre la fissuration et les gradient d'humidité est confirmé par la Figure V.73 sur laquelle le ratio de crevasse mesuré pour un certain  $W/W_0$  a été porté en fonction du gradient d'humidité à la paroi qui est mesuré à ce même  $W/W_0$ .

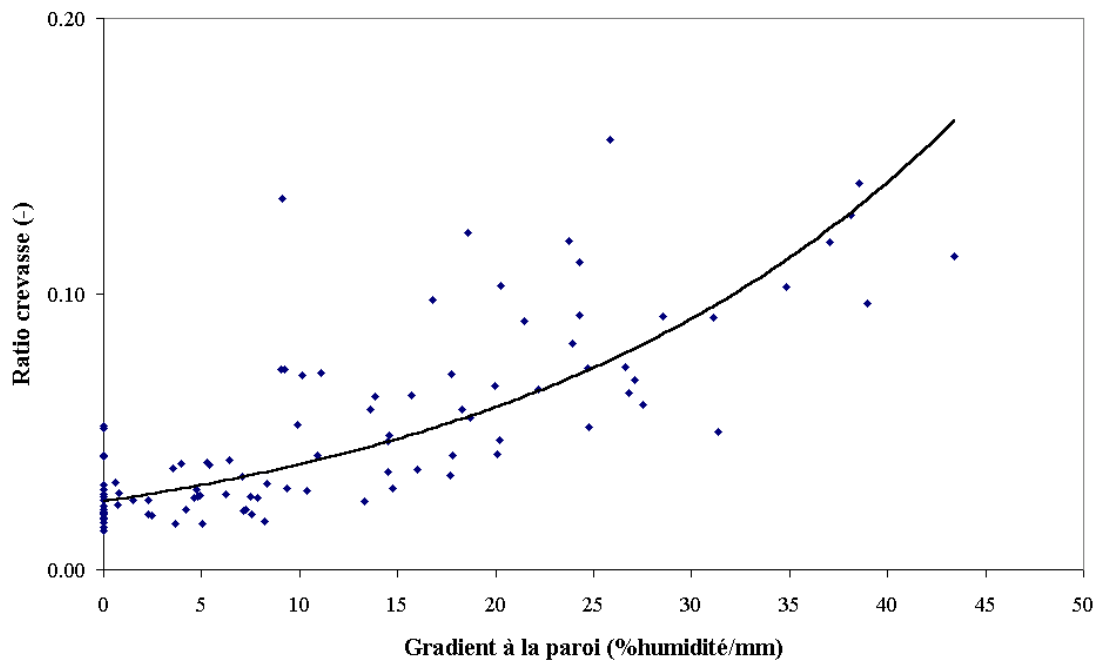


Figure V.73: Ratio crevasse en fonction du gradient d'humidité à la paroi pour  $W/W_0 > 0.15$  – Retinne.

Cette dernière figure reprend les données de l'ensemble des essais, cependant les valeurs correspondant à des  $W/W_0$  inférieures à 0.15 ne sont pas représentées en raison de leur imprécision. On observe clairement une relation entre le ratio crevasse et le gradient d'humidité : le ratio crevasse augmente avec le gradient à la paroi. Les conditions opératoires qui retardent le développement de gradients vont également retarder l'apparition des fissures.

## 5.2. Boue d'Embourg

La courbe de calibrage permettant le passage du niveau de gris à une teneur en eau a été déterminée sur les échantillons de boue d'Embourg comme elle l'avait été pour la boue de Retinne. Cette courbe est représentée à la Figure V.74. Des régressions d'ordre 2 (quadrique) et d'ordre 1 (droite) ont été comparées. Il est apparu, de manière un peu surprenante, que la régression d'ordre 2 était significativement meilleure que la régression linéaire (test de Fischer). Ce résultat est peut-être dû au caractère hétérogène et stratifié de la boue d'Embourg en fin de séchage. De tels matériaux se prêtent mal à une correction de l'effet de durcissement (chap. III, § 4.4.5), ce qui pourrait expliquer la déformation de la droite de calibrage. Ce problème rend un peu imprécise la détermination des profils en dessous de  $W/W_0 = 0.1$  à 0.3.

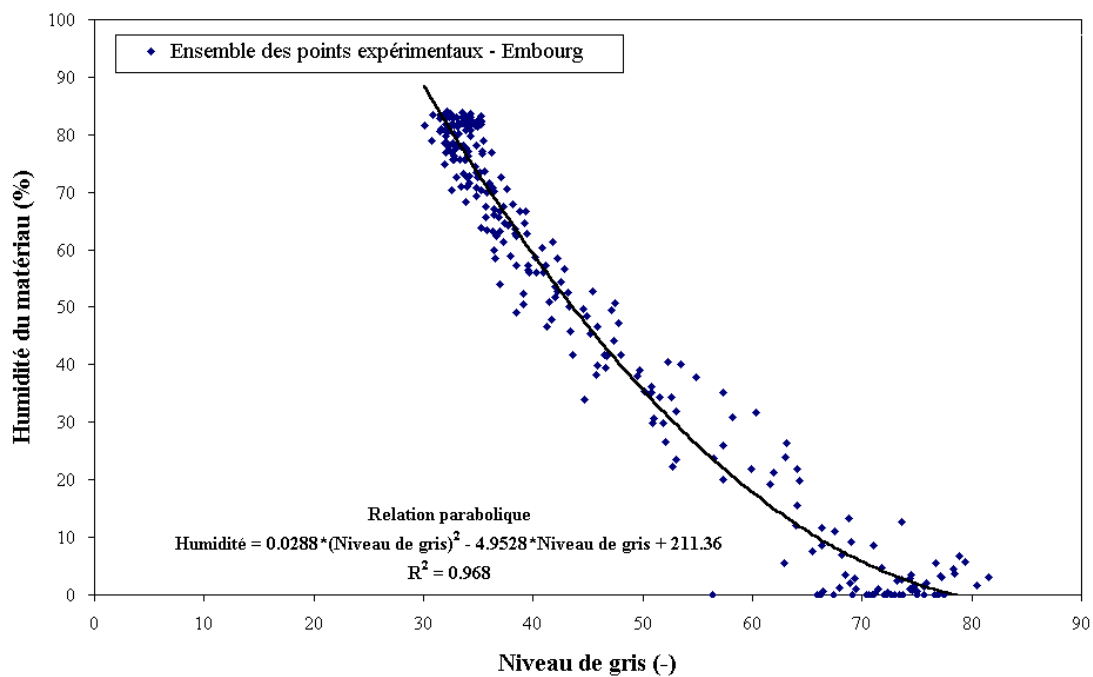


Figure V.74 : Courbe de calibrage pour la détermination des profils d'humidité – Embourg.

La Figure V.75 montre les profils obtenus pour l'essai 1 (cf. Tableau V.3). Les allures sont les mêmes que pour la boue de Retinne. De manière générale, la valeur moyenne des gradients à la paroi que l'on détermine est plus élevée qu'elle ne l'était pour la boue de Retinne. Ceci s'explique par l'apparition plus précoce de résistances intragranulaires lors du séchage d'échantillons de boue d'Embourg.

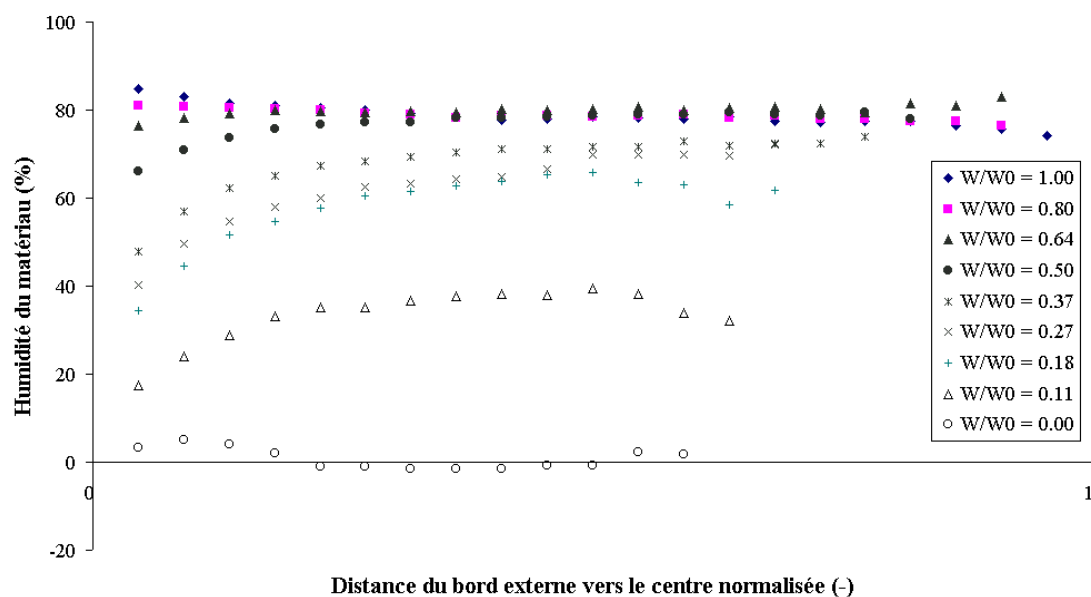


Figure V.75 : Profils d'humidité – Essai 1 – Boue d'Embourg.

Les Figures V.76 à V.78 montrent les profils d'humidité correspondant aux essais présentés sur les Figures V.63 à V.65 lors de l'étude de la fissuration. On observe clairement sur les Figures V.76 et V.77 qu'une élévation de la température de l'air a pour effet un développement plus rapide de gradients d'humidité à la paroi. De plus ces gradients atteignent des valeurs plus élevées. On assiste donc à un assèchement plus précoce de la surface du matériau. Le développement plus rapide de gradients et leur importance en valeur absolue vont dans le sens d'un développement de crevasses ayant les mêmes caractéristiques. Il est intéressant de constater sur la Figure V.76 qu'il n'y a pratiquement aucune différence entre les essais 10 et 19 pour  $W/W_0$  supérieur à 0.4. En effet, le même type d'observation peut être effectué sur la Figure V.63 illustrant le développement des crevasses. La relation gradient d'humidité-crevasse est donc claire.

Sur la Figure V.78 les tendances sont un peu moins nettes. On observe toutefois que le développement de gradients est retardé lorsque de l'air humidifié est employé pour le séchage.

Signalons le caractère inédit de ces résultats qui témoignent que la microtomographie à rayons X est un outil de choix pour le suivi du séchage.

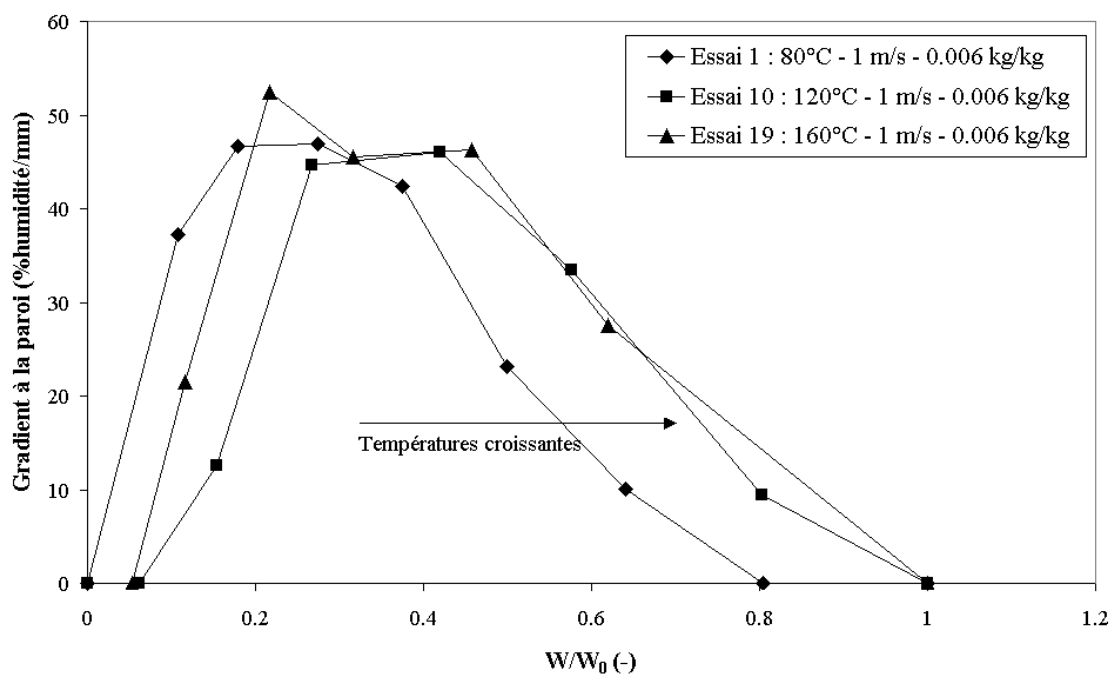


Figure V.76 : Gradient à la paroi en fonction de  $W/W_0$  – Essais 1, 10 et 19 – Boue d'Embourg.

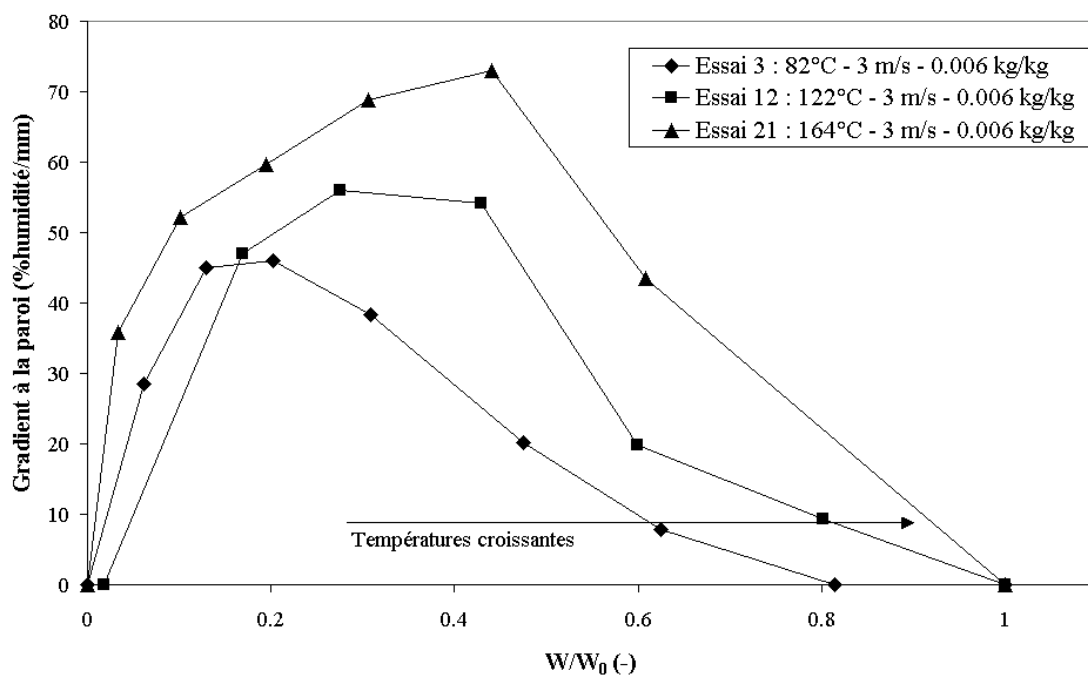


Figure V.77 : Gradient à la paroi en fonction de  $W/W_0$  – Essais 3, 12 et 21 – Boue d'Embourg.

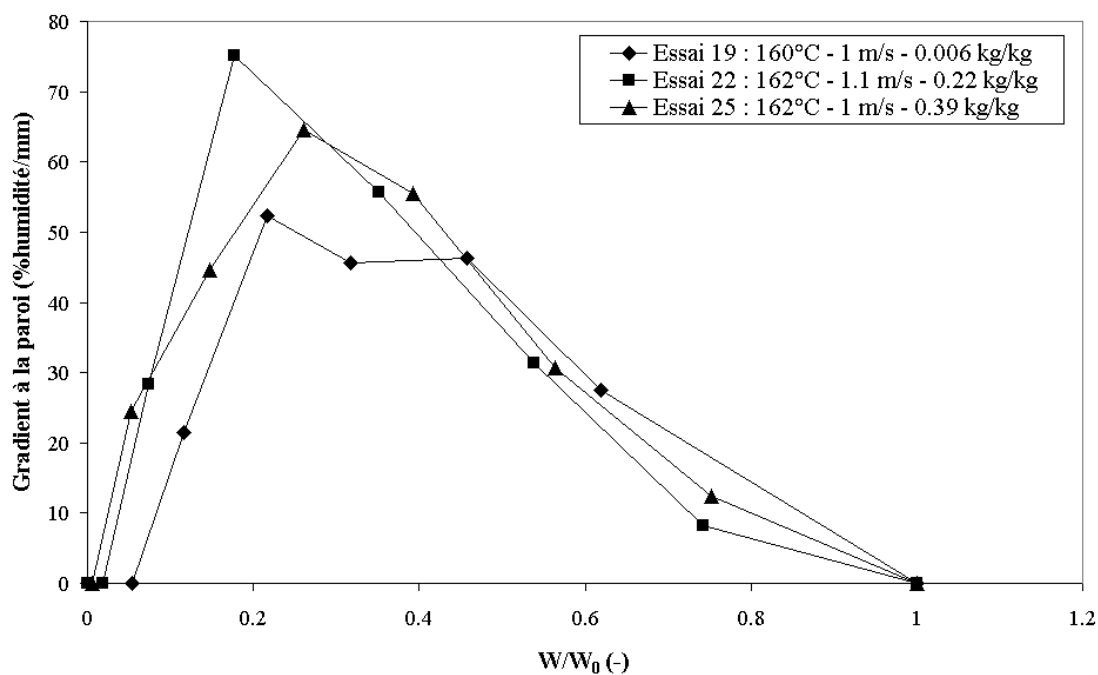


Figure V.78 : Gradient à la paroi en fonction de  $W/W_0$  – Essais 19, 22 et 25 – Boue d'Embourg.

La Figure V.79 confirme qu'il existe avec cette seconde boue également une relation entre le développement des crevasses et les gradients d'humidité à la paroi. Bien que les points soient dispersés on observe que le ratio de crevasse augmente avec le gradient d'humidité à la paroi du matériau. Comme pour Retinne seules les valeurs de  $W/W_0$  supérieures à 0.15 ont été considérées.

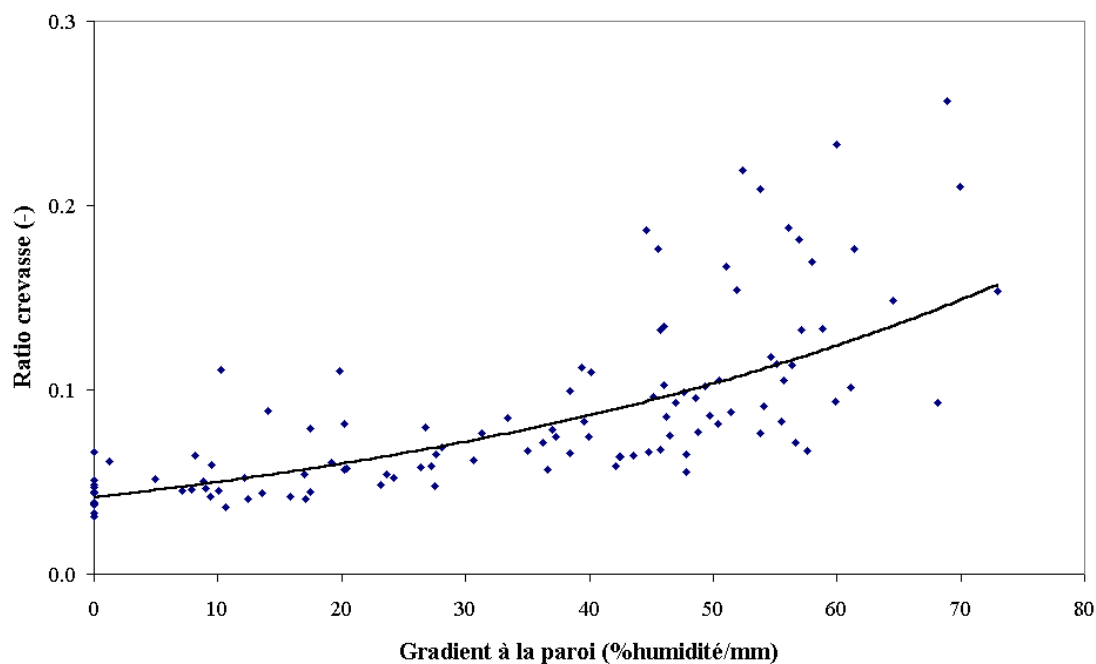


Figure V.79 : Ratio crevasse en fonction du gradient d'humidité à la paroi pour  $W/W_0 > 0.15$  – Embourg.

### 5.3. Synthèse

Dans ce travail, les gradients d'humidité qui apparaissent au cours du séchage d'échantillons de boues de Retinne et d'Embourg ont pu être détectés et quantifiés par l'association de la microtomographie à rayons X et de l'analyse d'images. Une méthodologie d'analyse des niveaux de gris des sections transversales a été spécialement développée à cet effet.

A notre connaissance, c'est la première fois que la microtomographie est utilisée pour déterminer des profils d'humidité durant une opération de séchage. Les résultats obtenus sont assez remarquables. *A priori*, la détermination de gradients d'humidité est une tâche complexe qui est réalisée à l'aide de techniques 'simplistes' comme le tranchage ou à l'aide d'équipements sophistiqués et lourds comme la résonance magnétique nucléaire. La microtomographie, non-destructive, est relativement aisée à mettre en œuvre et le traitement des résultats peut être automatisé en grande partie une fois la méthodologie mise au point.

Tant pour Retinne que pour Embourg, on observe des profils d'humidité plats en début de séchage, puis des gradients se développent plus ou moins rapidement selon les conditions opératoires pour s'annuler théoriquement en fin de séchage. Les profils d'humidité sont néanmoins assez imprécis en fin de séchage. En moyenne, on constate que les gradients d'humidité à la paroi sont plus importants pour Embourg que pour Retinne, ce qui confirme l'apparition précoce de résistances intragranulaires lors du séchage d'échantillons de boue d'Embourg.

La comparaison de l'évolution des gradients d'humidité à la paroi et du ratio crevasse en fonction de  $W/W_0$  permet de déceler une relation entre le phénomène de fissuration et l'importance des gradients d'humidité. On observe en effet que le développement des crevasses est retardé et/ou est moins important lorsque les gradients se développent plus tard et/ou sont plus faibles.

## 6. Calcul du coefficient de diffusion

L'évaluation des gradients d'humidité à la paroi permet de calculer le coefficient de diffusion de l'eau au sein du matériau. L'Éq. V.22 exprime l'égalité à l'interface air-matériau humide entre le flux mesuré et le transport d'eau par diffusion.  $F$  est le flux,  $D$  le coefficient de diffusion,  $C$  la concentration en eau et  $x$  la distance par rapport à la paroi de l'échantillon. Les gradients calculés à partir des images transversales sont exprimés en pourcentage d'humidité par mm. Pour obtenir un coefficient de diffusion en  $m^2/s$ , il faut passer du pourcentage d'humidité à une concentration en  $kg/m^3$ . Pour ce faire, il suffit de connaître la masse de l'échantillon (via les courbes de séchage) et le volume (via les courbes de retrait).

$$F = -D \left. \frac{dC}{dx} \right|_{x=0} \quad (\text{V.22})$$

La Figure V.80 représente l'ensemble des estimations du coefficient de diffusion, pour les deux types de boues, reportées en fonction de la teneur en humidité du matériau  $W/W_0$ . Le coefficient de diffusion doit dépendre de la température et, donc, varier avec les conditions opératoires. L'effet de la température n'a cependant pas pu être mis en évidence en raison de la relativement grande dispersion des points expérimentaux.

On peut également constater sur la Figure V.80 que les coefficients de diffusion sont systématiquement plus faibles pour Embourg que pour Retinne. Ceci confirme que les résistances intragranulaires sont plus importantes lors du séchage d'échantillons de la boue d'Embourg. Les valeurs obtenues, globalement situées entre  $10^{-11}$  et  $7 \cdot 10^{-10}$  m<sup>2</sup>/s pour Retinne et entre  $4 \cdot 10^{-12}$  à  $2 \cdot 10^{-10}$  m<sup>2</sup>/s pour Embourg, sont du même ordre de grandeur que celles mentionnées dans la littérature pour différents matériaux. Quelques valeurs, numérotées, de 1 à 7 sont reportées au Tableau V.18. Dans ce tableau, la teneur initiale en eau du matériau est mentionnée. Ces coefficients de diffusion ont été déterminés soit à partir de l'ajustement d'un modèle macroscopique sur les données cinétiques de séchage (1,2,6), soit à partir de la détermination des profils d'humidité (3,5,7) ou ils sont simplement mentionnés par les auteurs (4).

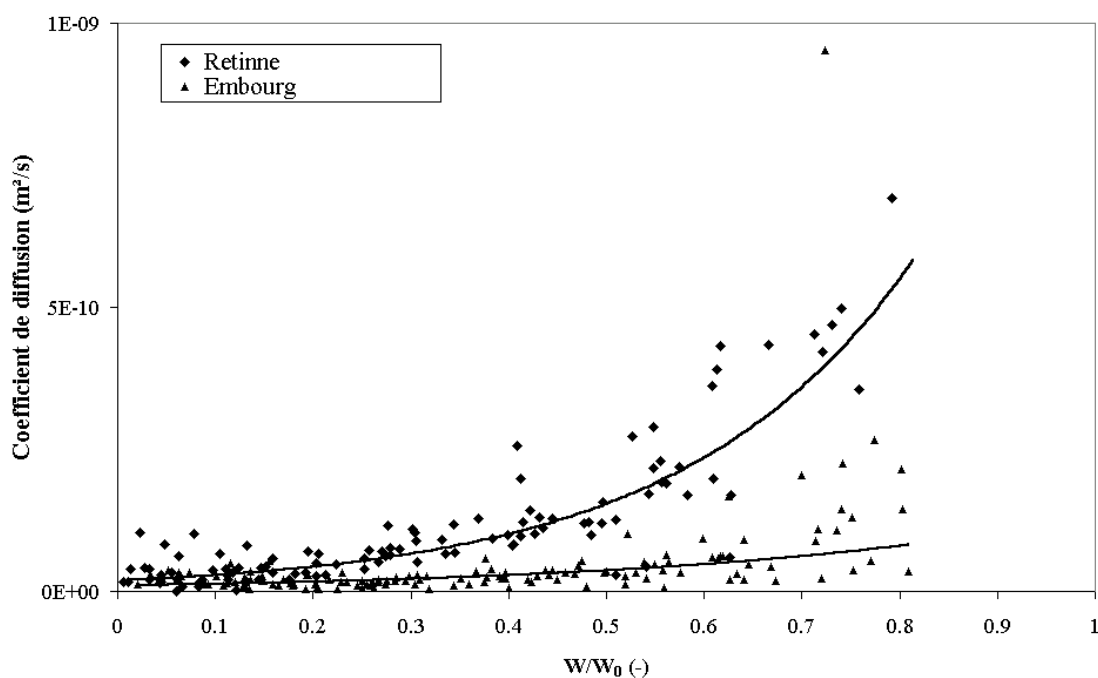


Figure V.80 : Coefficients de diffusion calculés à partir des valeurs de flux et des profils d'humidité – Boues de Retinne et d'Embourg.



**Tableau V.18 : Coefficients de diffusion mentionnés dans la littérature pour différents matériaux**

N°	Matériau	D (10 <sup>-10</sup> m <sup>2</sup> /s)	W <sub>0</sub> (kg/kg)	Auteurs
1	Pommes de terre	2.58 à 6.36	5	Saravacos et Charm (1962)
2	Pâtes alimentaires	0.08 à 0.9	0.42 à 0.50	Andrieu et Stamatopoulos (1986)
3	Pâtes alimentaires	5.2	0.68	Hills et al. (1997)
4	Béton	5	0.09	Kim et Lee (1998)
5	Boues d'épuration	0.5 à 9	4.5	Couturier et al. (2000)
6	Bananes	1.25 à 6.98	4.5	Queiroz et Nebra (2001)
7	Riz	0.00368	0.25	Frias et al. (2002)

La Figure V.80 montre également que le coefficient de diffusion varie fortement avec la teneur en humidité du matériau  $W/W_0$ . La dépendance observée est en accord avec la plupart des résultats rapportés dans la littérature. Différentes lois ont été proposées pour rendre compte de cette dépendance. Parmi celles-ci, on trouve essentiellement des lois de type exponentielles, des lois de puissance et des lois polynomiales (Mujumdar, 1995). Nous avons retenu une loi exponentielle (Éq. V.23) pour corrélérer nos résultats expérimentaux. Le Tableau V.19 comprend les valeurs et les limites de confiance à 95% des paramètres A et B lorsqu'on ajuste l'Éq. V.23 sur les données expérimentales. Les valeurs du paramètre B montrent bien que la dépendance du coefficient de diffusion vis-à-vis de la teneur en eau est différente pour les deux boues.

$$D = A \exp\left(B \frac{W}{W_0}\right) \quad (\text{V.23})$$

**Tableau V.19 : Valeurs et LC à 95% des paramètres d'ajustement de la loi exponentielle sur l'évolution du coefficient de diffusion en fonction de l'humidité du matériau**

	Retinne		Embourg	
	Valeur	LC à 95%	Valeur	LC à 95%
A	1.8 10 <sup>-11</sup>	4 10 <sup>-12</sup>	1.0 10 <sup>-11</sup>	2 10 <sup>-12</sup>
B	4.5	0.6	2.6	0.6

À titre de comparaison, Couturier et al. (2000) ont trouvé pour des boues activées un paramètre  $B/W_0$  de 0.95, ce qui donne un résultat similaire à celui obtenu pour Retinne compte tenu que  $W_0$  est compris entre 4 et 5.

## 7. Synthèse générale

Les différentes synthèses établies dans ce chapitre après chaque point étudié résument essentiellement l'influence des conditions opératoires sur les phénomènes étudiés : la cinétique de séchage, le retrait, la fissuration et les profils internes d'humidité. Des corrélations ont également été établies pour les coefficients de transfert de chaleur et de matière. La capacité évaporatoire, grandeur utile au procédé, a été calculée et mise en relation avec le flux maximal ou le flux au plateau  $F_c$ . Ces différentes synthèses ne sont pas reprises ici pour éviter les redites.

Le défaut de cette présentation point par point est qu'elle ne permet pas toujours d'établir clairement le lien entre les phénomènes étudiés. Le but de cette synthèse générale est de regrouper et de mieux mettre en parallèle ces différents phénomènes en identifiant les différentes zones de comportement.

## 7.1. Boue de Retinne

L'examen de l'ensemble des données obtenues avec la boue de Retinne permet de déterminer quatre zones de teneur en eau numérotées de 1 à 4, la zone 1 correspondant aux humidités les plus élevées et la zone 4 aux humidités les plus faibles. Les phénomènes se produisant dans ces zones sont indiqués par des croix dans le Tableau V.20.

**Tableau V.20 : Regroupement des phénomènes en quatre zones - Retinne**

Description du phénomène	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 4
Zone de séchage à flux constant	X			
Zone de séchage à décroissance modérée		X		
Zone de séchage à forte décroissance avec limitations intra et extragranulaires			X	
Apparition des premières fissures		X		
Accélération du développement des fissures		X	X	
Apparition des premiers profils d'humidité		X		
Gradients à la paroi maxima		X	X	
Zone de séchage exclusivement contrôlée par les résistances intragranulaires				X
Zone où le volume final est atteint (plus de retrait)				X

L'analyse de ce tableau permet de mettre en évidence des simultanités et donc des liens entre les différents phénomènes étudiés. Ce découpage en quatre zones peut aussi être appliqué à la courbe de flux matériel. Pour rappel, les courbes de flux sont obtenues grâce aux données issues du microsécheur (vitesse de séchage, kg/s) et du microtomographe (courbe de retrait donnant la surface externe).

La situation analysée ci-après, à titre d'exemple, correspond à l'essai 19 (Figure V.81) pour lequel la cinétique (Figure V.19), la courbe de développement de crevasse (Figure V.59) et les profils d'humidité ont été présentés (Figure V.72). Globalement, chaque essai de Retinne peut être découpé de la sorte. Les teneurs en eau correspondant aux quatre zones peuvent légèrement varier d'essai à essai. La zone de préchauffe est ignorée dans cette analyse.

### 7.1.1. Zone 1 : $W/W_0 > 0.67$

Dans cette première zone, le flux de matière est constant. À l'interface air-matériau humide, l'air est à la température humide correspondant aux variables opératoires et est saturé en vapeur d'eau. Les transferts de chaleur et de matière sont exclusivement contrôlés par des résistances extragranulaires. Pendant cette période, aucune crevasse n'est visible et le gradient à la paroi du matériau est nul.

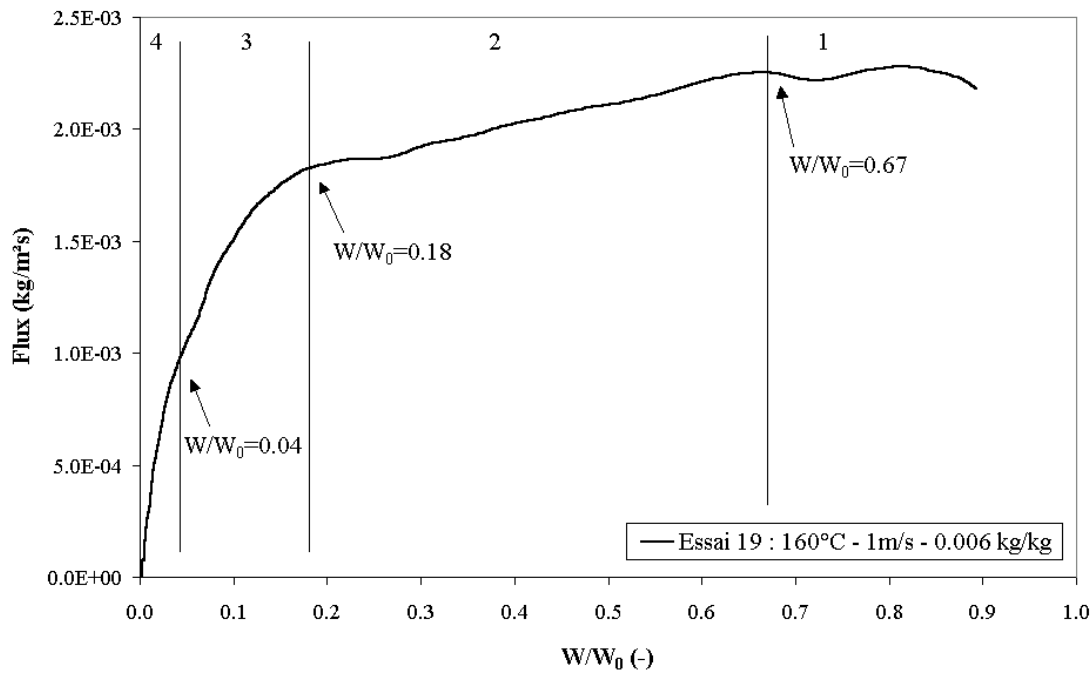


Figure V.81 : Découpage multi-zones de la cinétique de séchage de la boue de Retinne – Essai 19.

### 7.1.2. Zone 2 : $0.18 < W/W_0 < 0.67$

Dans cette seconde zone, on observe une lente décroissance du flux de séchage. L'analyse de l'influence des conditions opératoires montre que dans cette zone, les transferts sont toujours limités principalement par des résistances extragranulaires. Les courbes de profil d'humidité indiquent un assèchement progressif de la paroi : les premiers gradients à la paroi sont mesurés. Le ratio crevasse commence légèrement à s'élever au milieu de cette zone probablement suite au développement des gradients à la paroi. Ces observations vont dans le sens du 'wetted surface model' présenté au paragraphe 4.1.3.2. du chapitre II. La surface du matériau devient partiellement sèche. La température de surface s'élève et la pression partielle en vapeur d'eau à l'interface diminue. La diminution du flux de séchage est liée à la fois à la diminution du potentiel de transfert et à la diminution de la surface d'échange liée au retrait.

### 7.1.3. Zone 3 : $0.04 < W/W_0 < 0.18$

Dans cette troisième zone, on assiste à une accélération de la décroissance du flux de séchage qui peut être liée à l'augmentation de résistances intragranulaires au transfert. C'est en effet dans cette zone et à la fin de la zone précédente (cf. Tableau V.20) que les gradients d'humidité à la paroi sont les plus élevés et que la fraction de crevasse augmente fortement. On peut d'ailleurs remarquer sur les graphiques illustrant les cinétiques de séchage que l'effet des variables opératoires est moins prononcé dans cette zone (Figure V.19).

#### 7.1.4. Zone 4 : $W/W_0 < 0.04$

Dans cette dernière zone, on n'observe plus d'influence de la vitesse superficielle de l'air sur la cinétique. Dans le même temps, le retrait s'arrête et l'échantillon a atteint son volume final. On peut donc émettre l'hypothèse que la décroissance du flux est uniquement causée par des limitations intragranulaires. Dans cette zone, le développement des crevasses initiées auparavant se poursuit. Les gradients à la paroi diminuent progressivement pour redevenir nuls en fin de séchage.

Ce découpage en zone met clairement en évidence le lien entre les résistances intragranulaires au transfert, les gradients à la paroi et la fissuration.

## 7.2. Boue d'Embourg

Le même type d'analyse peut être effectué que pour le séchage des boues de Retinne. Cependant, l'examen de l'ensemble des données nous amène à un découpage en trois zones au lieu de quatre, notamment suite à l'absence d'une zone de séchage à flux constant. Cette absence de zone de séchage à flux constant est probablement due au développement précoce des limitations intragranulaires et au recouvrement partiel avec la zone de préchauffe. Le Tableau V.21 reprend ces trois zones et les phénomènes qui s'y produisent. En ce qui concerne le ratio crevasse, le développement est progressif sous  $W/W_0 = 0.5$  à  $0.6$  et il est difficile de distinguer une zone où ce développement s'accélère.

**Tableau V.21 : Regroupement des phénomènes en trois zones – Embourg**

Description du phénomène	Zone 1	Zone 2	Zone 3
Zone de séchage à flux décroissant avec limitations intra et extragranulaires		X	
Début du développement des fissures		X	
Apparition des premiers profils d'humidité	X		
Gradients à la paroi maxima		X	X
Zone de séchage exclusivement contrôlée par les résistances intragranulaires			X
Zone où le volume final est atteint (plus de retrait)			X

Comme pour Retinne, le découpage en zones de la courbe de flux matériel est illustré dans le cas de l'essai 19 (Figure V.82). Les courbes de développement de crevasse et de profils d'humidité ont été respectivement présentées sur les Figures V.63 et V.78.

#### 7.2.1. Zone 1 : $0.50 < W/W_0 < 0.82$

Cette première zone commence à la fin de la préchauffe (Figure V.82). La fin de la zone ne correspond pas à une quelconque modification de la courbe de flux mais est liée à des observations sur le développement des crevasses et des profils d'humidité. Dans cette zone, le ratio crevasse reste pratiquement inchangé par rapport à sa valeur initiale et les gradients d'humidité sont en début de développement. Les variables

opératoires ont une influence sur la cinétique de manière moins marquée que pour Retinne ce qui tendrait à prouver que des résistances intragranulaires sont présentes pratiquement dès le début du séchage. Ceci est confirmé par les valeurs des coefficients de transfert qui montrent qu'en moyenne la part des résistances intragranulaires au transfert vaut 17% de la résistance totale dès le début du séchage. Ceci se traduit par l'apparition précoce de gradients à la paroi dont les valeurs sont supérieures à celles observées pour Retinne dans cette même zone d'humidité du matériau. La décroissance du flux peut être attribuée à la diminution de la surface d'échange et à l'existence de résistances intragranulaires au transfert. Il est possible que les gradients d'humidité mesurés soient à la fois liés à un assèchement partiel de la surface du matériau ('wetted zone model') et à l'existence de limitations intragranulaires.

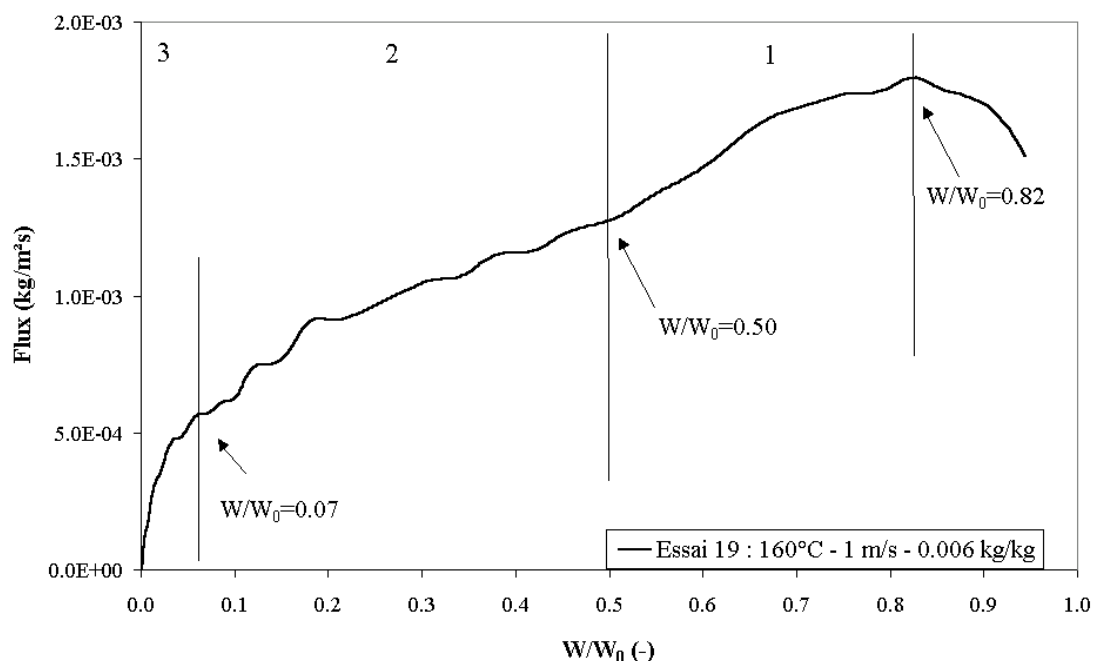


Figure V.82 : Découpage multi-zones de la cinétique de séchage de la boue d'Embourg – Essai 19.

### 7.2.2. Zone 2 : $0.07 < W/W_0 < 0.50$

Dans cette zone, le ratio de crevasse commence à augmenter et les profils d'humidité deviennent de plus en plus élevés à la paroi. L'examen des courbes de séchage montre que l'influence des conditions opératoires est plus faible dans cette zone, traduisant une importance accrue des limitations intragranulaires au transfert. Ces limitations ont pour conséquence le développement des gradients observés qui eux-mêmes induisent le développement de fissures.

### 7.2.3. Zone 3 : $W/W_0 < 0.07$

Cette zone correspond à la zone 4 décrite pour Retinne. La vitesse superficielle de l'air n'a plus d'influence sur la cinétique et le retrait s'est arrêté. La visualisation des coupes tomographiques (Figure 54b et 55b) semble indiquer que cette période se résume au séchage de la couche externe qui s'est formée au cours du processus. Les

seules limitations au transfert de matière sont internes au matériau. Le développement des crevasses se poursuit jusqu'en fin de séchage. Les gradients d'humidité maxima se situent à la frontière entre les zones II et III.

Bien que les comportements au séchage des boues de Retinne et d'Embourg soient globalement différents, des similitudes permettent d'unifier certaines interprétations. Un paramètre important est la présence et l'importance des résistances intragranulaires. Celles-ci influencent à la fois la cinétique (réduction du flux) et le développement des gradients à la paroi. Ces gradients entraînent eux-mêmes la fissuration du matériau. De plus, de forts gradients liés à la fissuration peuvent rigidifier le matériau (assèchement de la surface – croûtage) ce qui bloque ou entrave le retrait.

## 8. Références

Andrieu, J., et Stamatopoulos, A., "Durum wheat pasta drying kinetics," *Lebensm. - Wiss. u. -Technol.*, **19**, 448-456 (1986).

Augier, F., Coumans, W. J., Hugget, A., et Kaasschieter, E. F., "On the risk of cracking in clay drying," *Chem. Eng. J.*, **86**, 133-138 (2002).

Couturier, S., Vaxelaire, J., et Puiggali, J. R., "Convective drying of domestic activated sludge," *Proceedings of the 12th International Drying Symposium, Noordwijkerhout, The Netherlands, Aug 28-31, 2000*, Paper N°44, 2000.

Geankoplis, C. J., *Transport processes and unit operations*, Prentice-Hall : Englewood Cliffs, New Jersey (1993).

Herman, E., Rodriguez, J., de la Cruz, J., et Garcia, M. A., "Mathematical simulation of a fixed-bed drying of cassava considering interfacial phenomena," *Proceedings of the 12th International Drying Symposium, Noordwijkerhout, The Netherlands, Aug 28-31, 2000*, 2000.

Hills, B. P., Godward, J., et Wright, K. M., "Fast Radial NMR Microimaging Studies of Pasta Drying," *J. Food Eng.*, **33**, 321-335 (1997).

Izumi, M., et Hayakawa, K. I., "Heat and moisture transfer and hygrostress crack formation and propagation in cylindrical, elastoplastic food," *Int. J. Heat Mass Transfer*, **38**, 1033-1041 (1995).

Janssens, O., Sevar Entsorgungsanlagen, Communication personnelle (1998).

Kim, J.-K., et Lee, C.-S., "Prediction of differential drying shrinkage in concrete," *Cement Concrete Res.*, **28**, 985-994 (1998).

Liu, H., Zhou, L., et Hayakawa, K. I., "Sensitivity analysis for hygrostress crack formation in cylindrical food during drying," *J. Food Sci.*, **62**, 447-450 (1997).

Mujumdar, A. S., *Handbook of industrial drying*, Mujumdar, A. S., éd. ; Marcel Dekker : New York (1995).

Perré, P., Macroscopic equations to simulate heat and mass transfer. Dans : *Mathematical modeling and numerical techniques in drying technology*, Turner, I., et Mujumdar, A. S., éd. ; Marcel Dekker : New York; (1997).

Queiroz, M. R., et Nebra, S. A., "Theoretical and experimental analysis of the drying kinetics of bananas," *J. Food Eng.*, **47**, 127-132 (2001).

Ratti, C., "Shrinkage during drying of foodstuffs," *J. Food Eng.*, **23**, 101-105 (1994).

Saravacos, G. D., et Charm, S. E., "A study of the mechanism of fruit and vegetable dehydration," *J. Food Technol.*, 78-81 (1962).

Sherwood, T. K., "The air drying of solids," *Trans. Am. Inst. Chem. Engrs.*, **32**, 150-168 (1936).

Simal, S., Rossello, C., Berna, A., et Mulet, A., "Drying of shrinking cylinder-shaped bodies," *J. Food Eng.*, **37**, 423-435 (1998).

Tsudaka, T., Sakai, N., et Hayakawa, K. I., "Computerized model for strain-stress analysis of food undergoing simultaneous heat and mass transfer," *J. Food Sci.*, **56**, 1438-1445 (1991).

Welty, J. R., Wicks, C. E., et Wilson, R. E., *Fundamentals of momentum, heat and mass transfer*, John Wiley & Sons : New York (1984).

Whitaker, S., "Forced convection heat transfer correlations for flow in pipes, past flat plates, single cylinders, single spheres, and for flow in packed beds and tube bundles," *AIChE J.*, **18**, 361-371 (1972).

## CHAPITRE VI. CARACTÉRISATION DE LA TEXTURE DES ÉCHANTILLONS SÉCHÉS

---

Le but de ce chapitre est d'apporter une information complémentaire sur la texture des deux échantillons de boue en fin de séchage afin de mieux comprendre leur différence de comportement en cours de séchage. Les résultats obtenus par SEM (microscopie à balayage électronique), par porosimétrie au mercure, par analyse des isothermes d'adsorption-désorption d'azote et par la microtomographie à rayons X permettent de mettre en évidence combien les boues d'épuration sont un matériau complexe. Les textures finales des deux types d'échantillons sont fort différentes. Chaque boue est un matériau unique et présente un comportement au séchage et une texture résultante qui lui sont particuliers. Ceci est l'une des raisons évoquées pour lesquelles le nombre de publications dans le domaine est relativement restreint (Ferrasse et al., 2002).

Les techniques de caractérisation ont été utilisées sur les échantillons de boue de Retinne et d'Embourg soumis aux conditions opératoires de l'essai 21 du plan d'expérience. Pour rappel, le jeu de variables expérimentales est le suivant :

- Température : 160°C
- Humidité : 0.006 kg/kg (humidité ambiante)
- Vitesse superficielle : 3 m/s

### 1. Images SEM

Les Figures VI.1a à VI.1d représentent des images obtenues par microscopie électronique à balayage de la surface externe des échantillons après séchage. Les images a-b et c-d correspondent respectivement à des grossissements de 50× et 5000×. Sous un fort grossissement, la structure de la boue de Retinne (Figure VI.1c) semble plus dense et plus compacte que celle de la boue d'Embourg (Figure VI.1d). La boue de Retinne semble être constituée d'un arrangement complexe d'éléments avec des reliefs, alors que la boue d'Embourg présente une structure plus lisse et plus ouverte. Les images obtenues à faible grossissement permettent d'examiner la structure de manière plus globale. La surface de l'échantillon de Retinne présente relativement peu d'aspérités et est traversée par des fissures (Figure VI.1a). Par contre, la surface de l'échantillon d'Embourg (Figure VI.1b) est plus rugueuse. On peut observer une structure complexe et ouverte constituée d'une série de pores de tailles variées.



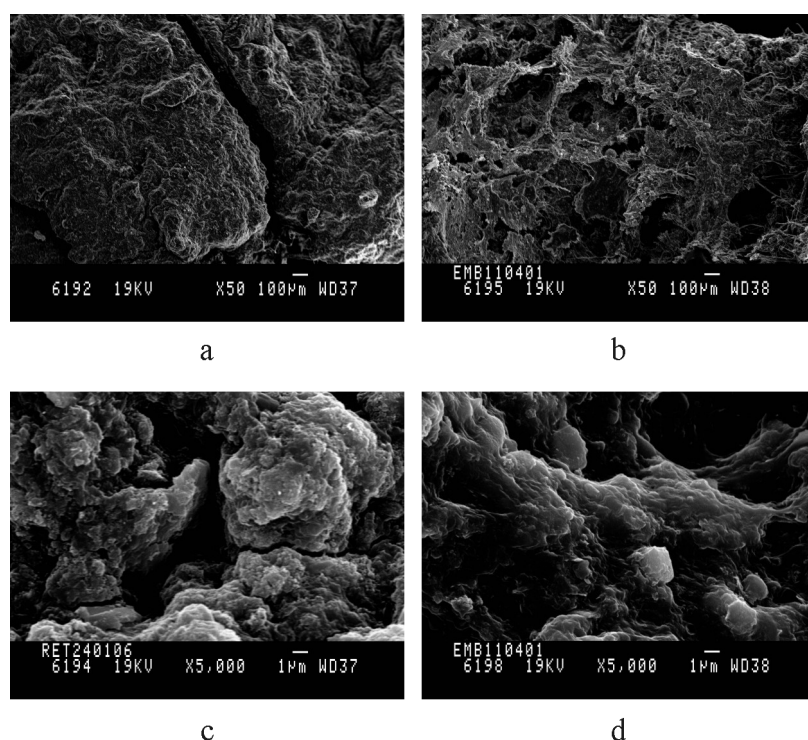


Figure VI.1 : Images SEM de la surface externe de la boue de Retinne (a : 50×', c : 5000×') et de la boue d'Embourg (b : 50×', d : 5000×').

## 2. Isothermes d'adsorption-désorption d'azote

La technique des isothermes d'adsorption-désorption à l'azote permet d'atteindre des pores d'un diamètre compris entre 0.5 et 50 nm. La Figure VI.2 montre les isothermes obtenues pour les deux boues. Dans les deux cas, ces isothermes correspondent au type IV dans la classification BDDT (Brunauer et al., 1940). Le type IV est rencontré pour des solides mésoporeux. En effet, aux faibles pressions, l'évolution linéaire du volume adsorbé qui est observée indique que les échantillons ne présentent pas de microporosité (diamètre de pore < 2 nm). Par contre, la présence d'une hystérésis à haute pression signale l'existence d'une structure mésoporeuse ( $2 \text{ nm} < d_p < 50 \text{ nm}$ ).

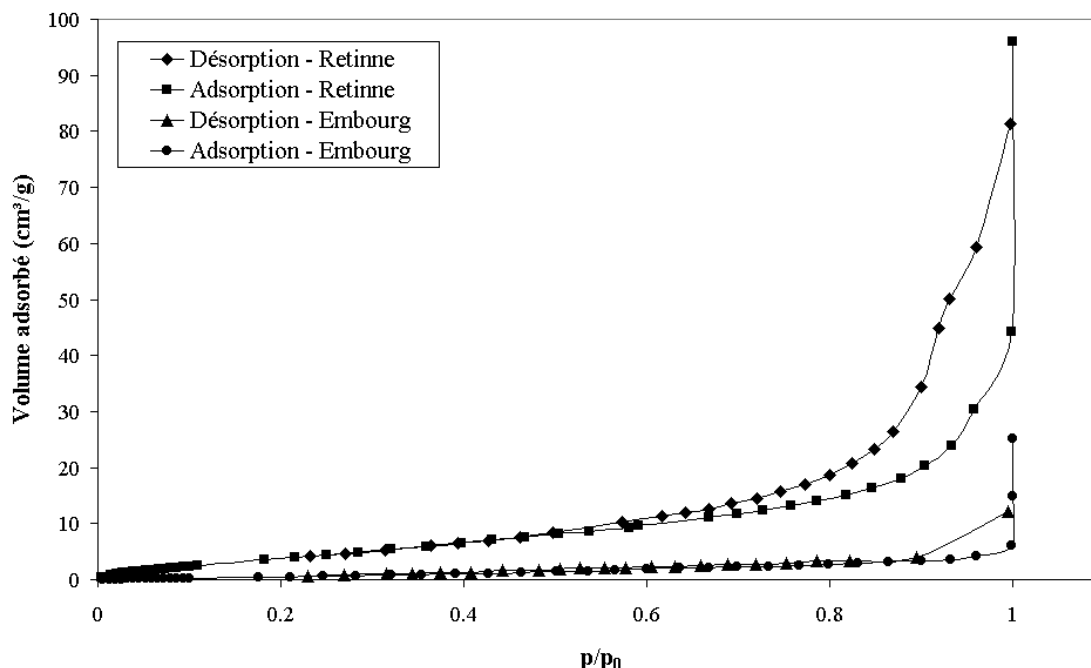


Figure VI.2. Isothermes d'adsorption et de désorption à l'azote sur les échantillons séchés des boues de Retinne et d'Embourg.

Une comparaison des isothermes indique que la mésoporosité est plus importante pour la boue de Retinne que pour celle d'Embourg. Les volumes poreux ( $V_p$ ), les surfaces spécifiques ( $S_{BET}$ ) et les constantes BET ( $C_{BET}$ ) correspondantes sont reprises dans le Tableau VI.1. Ces valeurs montrent que les deux échantillons sont poreux mais développent une faible surface spécifique. On peut cependant remarquer que la boue de Retinne séchée présente une surface spécifique et un volume poreux plus importants que la boue d'Embourg.

Tableau VI.1 : Volume poreux, surface BET et constante BET obtenus pour les échantillons séchés des boues de Retinne et d'Embourg

	$V_p$ (cm <sup>3</sup> /g)	$S_{BET}$ (m <sup>2</sup> /g)	$C_{BET}$
Retinne	0.149	19	9.4
Embourg	0.039	3.6	3.4

Les diagrammes-t (Figure VI.3) confirment ces premières conclusions. Dans chaque cas on observe une déviation vers le haut par rapport à la droite de référence qui indique que la structure est principalement mésoporeuse (Lecloux, 1981). La déviation est plus importante pour Retinne, confirmant que la mésoporosité est plus importante que pour Embourg, conformément aux valeurs de surface spécifique et de volume poreux déterminées plus haut.

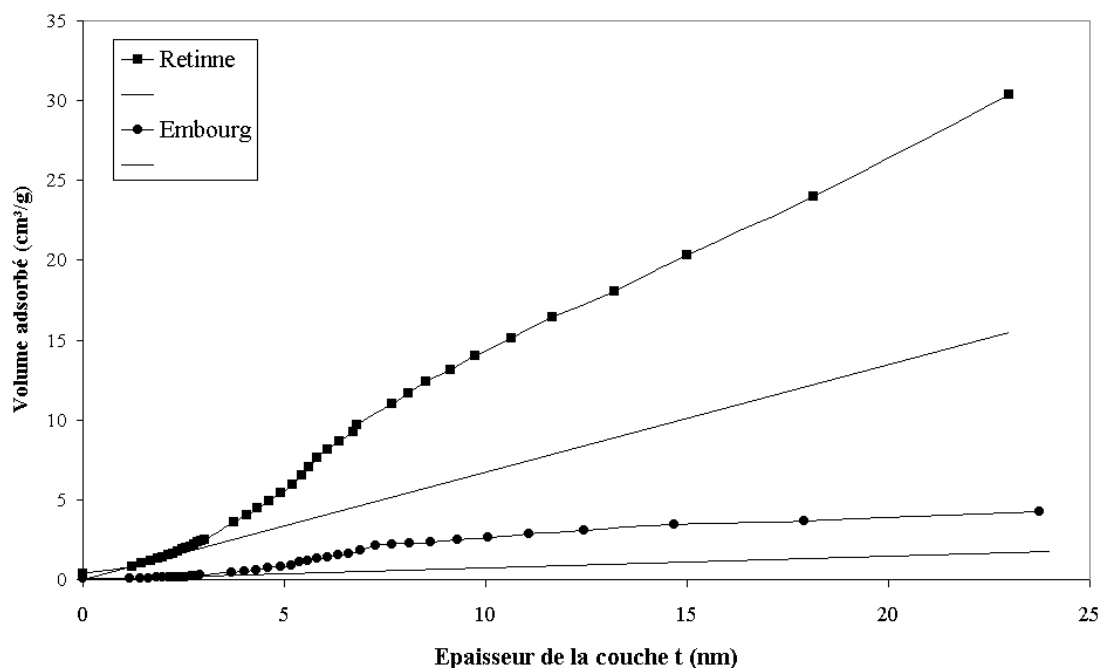
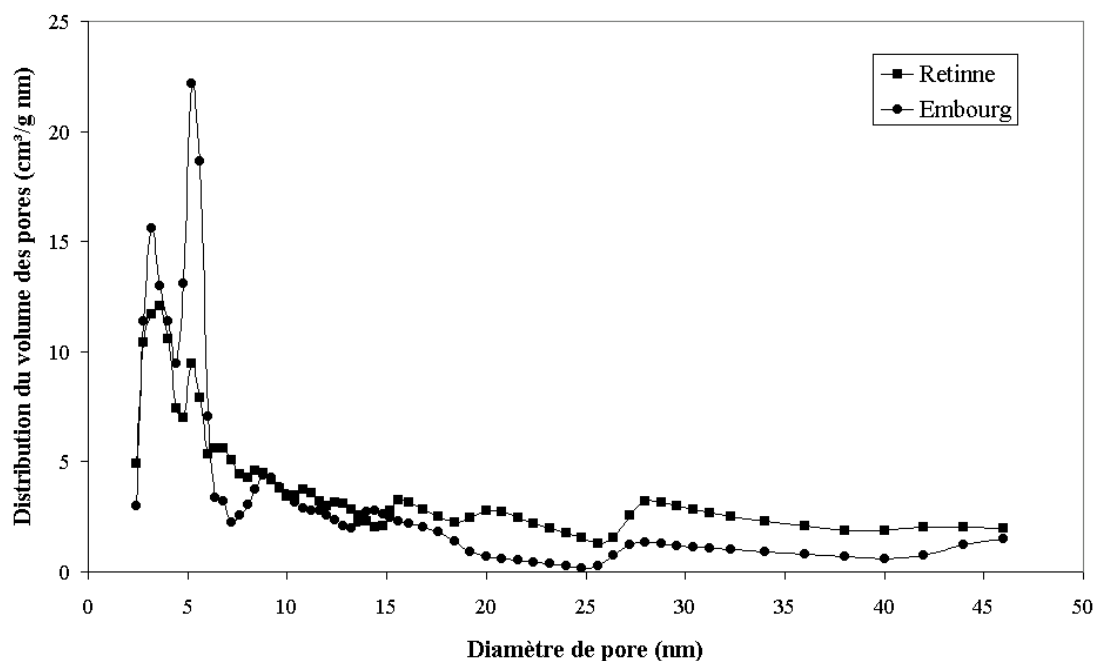


Figure VI.3. Diagrammes-t pour les échantillons séchés des boues de Retinne et d'Embourg.

Les distributions de tailles de pores peuvent être calculées en utilisant la méthode de Broekhoff-de Boer (Broekhoff et de Boer, 1967). La Figure VI.4 montre les distributions obtenues en faisant l'hypothèse que les pores sont des cylindres ouverts. Pour les deux boues, on observe deux pics rapprochés à environ 3.5 et 5 nm. Il semble également que les deux courbes présentent un pic beaucoup plus plat entre 25 et 30 nm.



**Figure VI.4. Distribution du volume des pores suivant la méthode de Broekhoff-de Boer pour des pores cylindriques ouverts.**

Il faut noter que l'on trouve une certaine cohérence entre ces résultats et ceux obtenus par les isothermes de désorption à la vapeur d'eau (chap. IV, § 3.). La boue qui possède le plus haut taux d'eau liée (Retinne) est également celle qui possède le volume poreux le plus important. En effet, la gamme de rayons de pores étudiés par les isothermes d'adsorption d'azote se situe dans la zone hygroscopique d'un matériau : on considère qu'un matériau est hygroscopique lorsqu'il contient des pores de diamètre inférieur au micron (Nadeau et Puiggali, 1995).

### 3. Porosimétrie au mercure

En fonction de la pression utilisée, la porosimétrie au mercure permet d'étudier des pores dont le diamètre est compris entre 7.5 nm et 150  $\mu\text{m}$ . La Figure VI.5 montre les courbes d'intrusion et d'extrusion obtenues. Pour l'échantillon de Retinne, l'intrusion est faible pour les basses pressions ( $P < 1 \text{ MPa}$  :  $V_{\text{Hg}} \cong 0.05 \text{ cm}^3/\text{g}$ ). Lorsque la pression dépasse 13 MPa, le volume de mercure qui pénètre l'échantillon augmente assez brutalement. L'échantillon de boue d'Embourg, quant à lui, est intrudé de manière graduelle et continue durant toute la montée en pression. On observe les mêmes allures en intrusion qu'en extrusion. Il faut noter que, lors des mesures réalisées sur l'échantillon d'Embourg, un problème mécanique a empêché d'atteindre les pressions comprises entre 90 et 200 MPa.

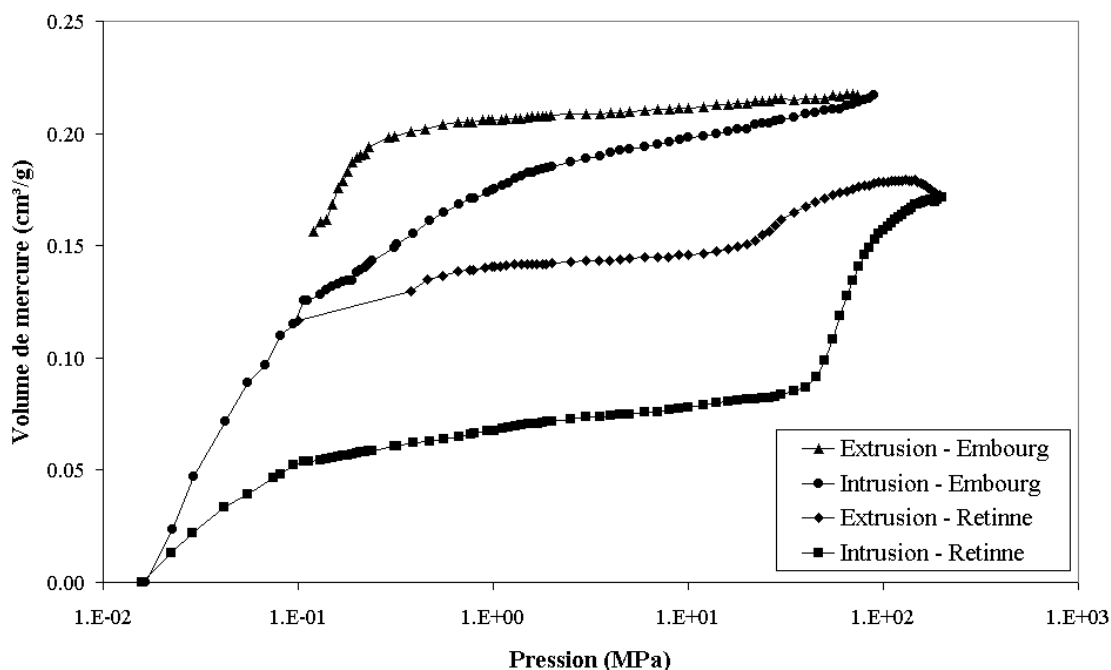


Figure VI.5 : Courbes d'intrusion et d'extrusion lors d'essais de porosimétrie au mercure réalisés sur les échantillons séchés des boues de Retinne et d'Embourg.

Après vérification que les échantillons sont bien intrudés et non écrasés sous la pression, l'utilisation de l'équation de Washburn (Chap. III, §1.3., Éq. III.1) permet de déterminer la taille des pores dans lesquels le mercure pénètre (Alié et al., 2001). La Figure VI.6 montre l'évolution du volume poreux cumulé en fonction du diamètre dans une échelle semi-logarithmique. On remarque bien que les boues présentent des comportements différents. Un plateau est observé pour la boue de Retinne, alors que pour Embourg le volume augmente progressivement dans le sens des diamètres de pore décroissants.

Le Tableau VI.2 montre la part de volume poreux correspondant à différentes gammes de diamètre de pore. Le volume poreux total déterminé par porosimétrie au mercure ( $16.6 \text{ nm} < d_p < 95 \text{ }\mu\text{m}$ ) est plus élevé pour Embourg que pour Retinne. Pour Embourg, 98% du volume poreux est formé de macropores ( $d_p > 50 \text{ nm}$ ), pour seulement 56% dans l'échantillon de Retinne. Ce tableau met également en évidence la contribution non négligeable au volume poreux des grands pores ( $13 \text{ }\mu\text{m} < d_p < 95 \text{ }\mu\text{m}$ ) étudiés sous la pression atmosphérique : 35% du  $V_{\text{Hg}}$  pour Retinne et 58% du  $V_{\text{Hg}}$  pour Embourg.

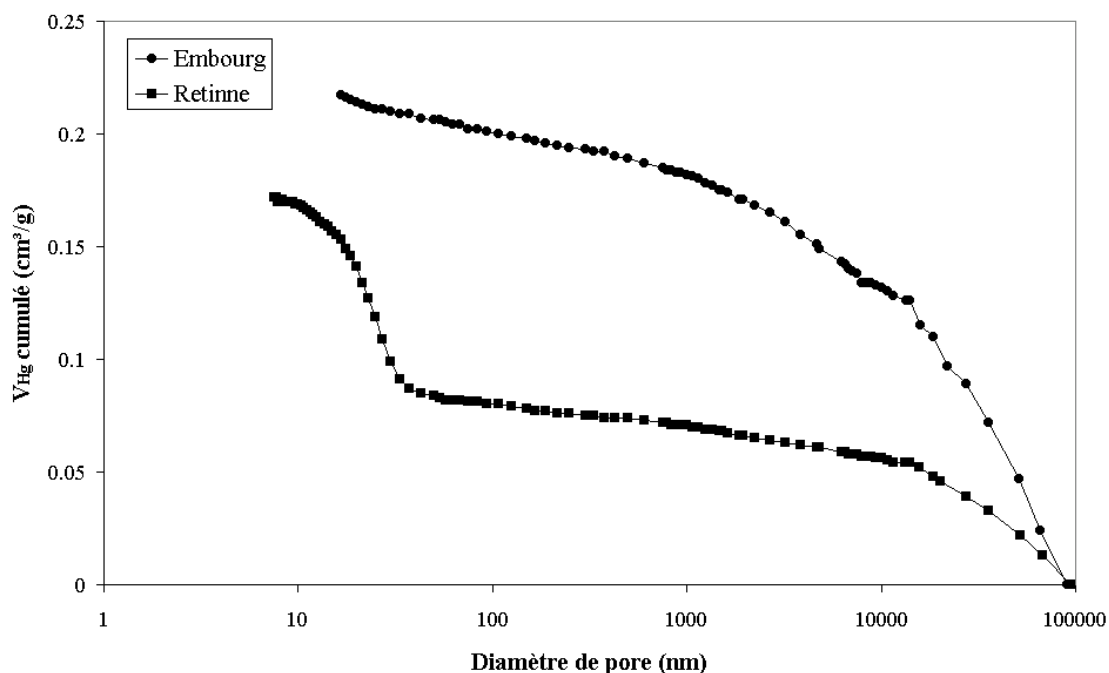


Figure VI.6 : Évolution du volume cumulé de mercure en fonction du diamètre pour les échantillons de Retinne et d'Embourg.

Tableau VI.2 : Contributions de différentes gammes de tailles de pore au volume poreux lors d'essais de porosimétrie au mercure sur les échantillons séchés des boues de Retinne et d'Embourg

	$V_{\text{Hg total}}$ ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	$V_1$ ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	$V_2$ ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )
Retinne	0.153	0.084 (56% de $V_{\text{Hg total}}$ )	0.054 (35% de $V_{\text{Hg total}}$ )
Embourg	0.217	0.206 (95% de $V_{\text{Hg total}}$ )	0.126 (58% de $V_{\text{Hg total}}$ )

$V_1$  est le volume correspondant aux macropores ( $d_p > 50 \text{ nm}$ ) ;  $V_2$  est le volume correspondant aux pores étudiés sous la pression atmosphérique ( $13 \mu\text{m} < d_p < 95 \mu\text{m}$ ).

La Figure VI.7 montre les distributions de volume de pore correspondantes dans une échelle log-log. Pour les deux échantillons, on observe un petit pic proche de  $16 \mu\text{m}$ . Un autre pic est visible aux environs de  $23 \text{ nm}$  pour l'échantillon de Retinne. Ce dernier pic pourrait confirmer celui détecté par les isothermes d'azote entre  $25$  et  $30 \text{ nm}$ . À cause du problème mécanique évoqué plus haut, la partie gauche de la distribution (petits pores) manque pour Embourg.

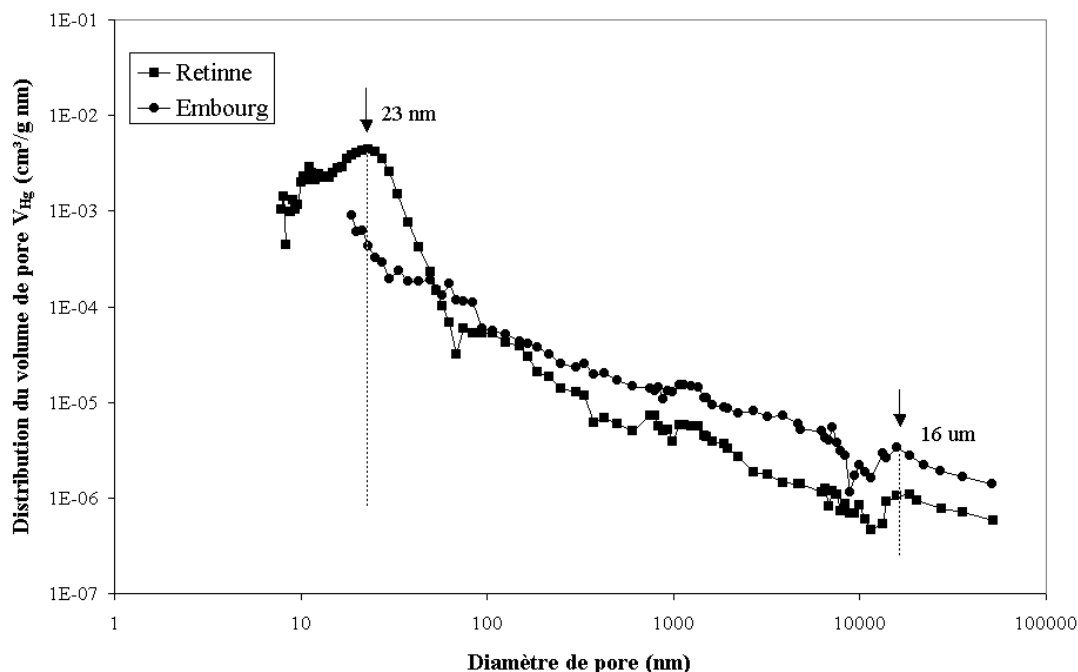


Figure VI.7 : Distribution du volume de pore à partir d'essais de porosimétrie au mercure effectués sur les échantillons d'Embourg.

## 4. Microtomographie à rayons X

En plus du retrait, la microtomographie à rayons X permet d'étudier l'évolution de la texture de l'échantillon notamment en permettant une analyse morphologique des fissures qui apparaissent en cours de séchage.

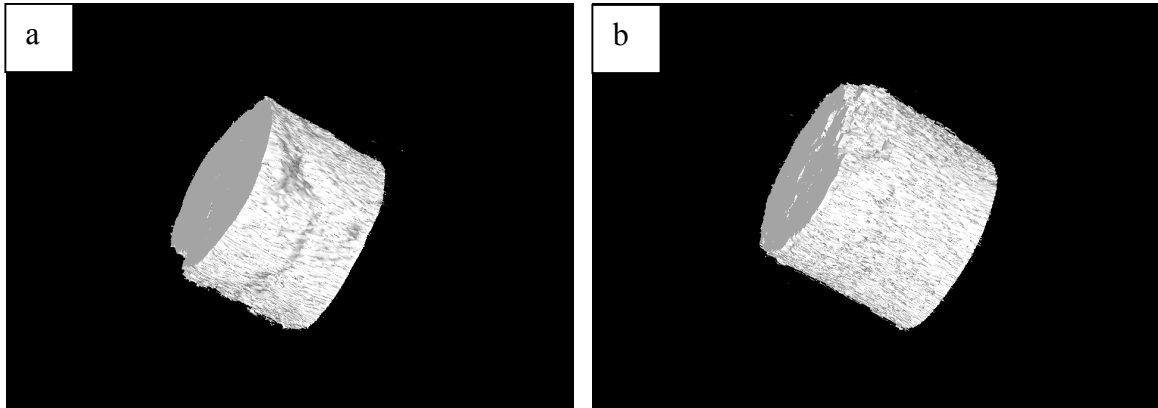
### 4.1. Visualisation à 3 dimensions

Un logiciel spécifique (Ant.exe, Skyscan, Aartselaar) permet de construire des vues à 3 dimensions des échantillons par empilage des coupes transversales obtenues par microtomographie. Les Figures VI.8 à VI.11 représentent des reconstructions à 3 dimensions des deux échantillons de boue pour différentes teneurs en humidité. Les images de la Figure VI.12 montrent la structure des crevasses ou de la zone de vide en fin de séchage, qui est peut être considérée comme le complément des images des échantillons secs.

Ces vues à 3 dimensions illustrent parfaitement le retrait que subissent les deux boues au cours du séchage. De plus, on remarque bien que la taille finale atteinte par l'échantillon d'Embourg est supérieure à celle de l'échantillon de Retinne, conformément à l'analyse du retrait présentée au début du chapitre précédent.

Sur ces figures, on peut observer que la structure des crevasses est propre à chaque boue. Pour Retinne (Figures VI.11a et VI.12a), les fissures sont radiales et adoptent différentes orientations selon les sections. Pour Embourg, par contre, la fraction de vide est délimitée par une croûte externe visible sur la Figure VI.11b. Si on

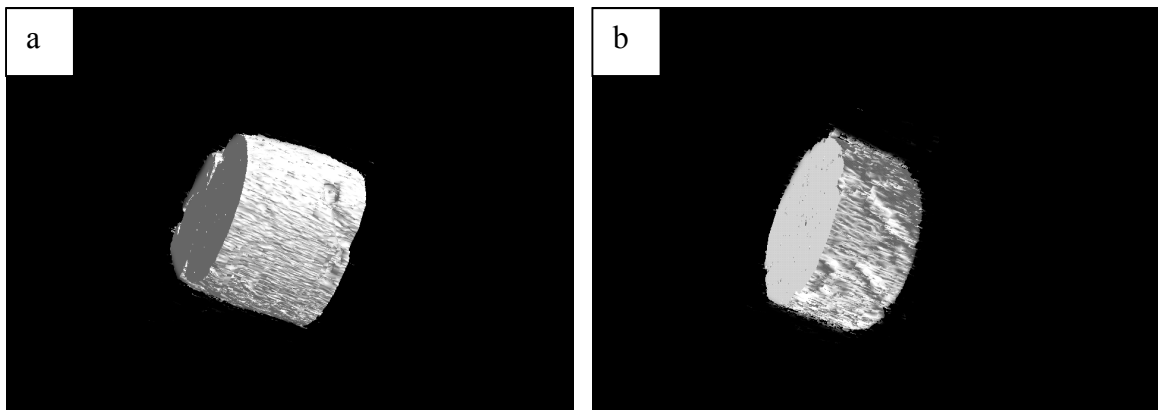
reconstruit cette zone de vide à 3 dimensions on obtient une forme proche du cylindre (Figure VI.12b). On constate également que la fraction de vide est plus importante pour Embourg que pour Retinne.



Retinne :  $W = 5.87 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 1$

Embourg :  $W = 4.55 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 1$

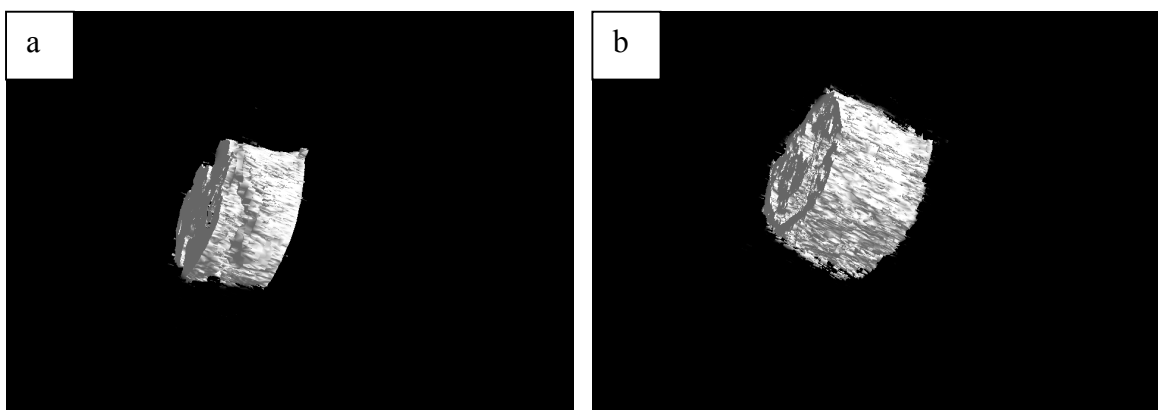
Figure VI.8 : Vue à 3 dimensions d'échantillons (a) de Retinne et (b) d'Embourg.



Retinne :  $W = 4.46 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.76$

Embourg :  $W = 3.61 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.79$

Figure VI.9 : Vue à 3 dimensions d'échantillons (a) de Retinne et (b) d'Embourg.



Retinne :  $W = 0.46 \text{ kg} - W/W_0 = 0.08$

Embourg :  $W = 0.88 \text{ kg/kg} - W/W_0 = 0.19$

Figure VI.10 : Vue à 3 dimensions d'échantillons (a) de Retinne et (b) d'Embourg.



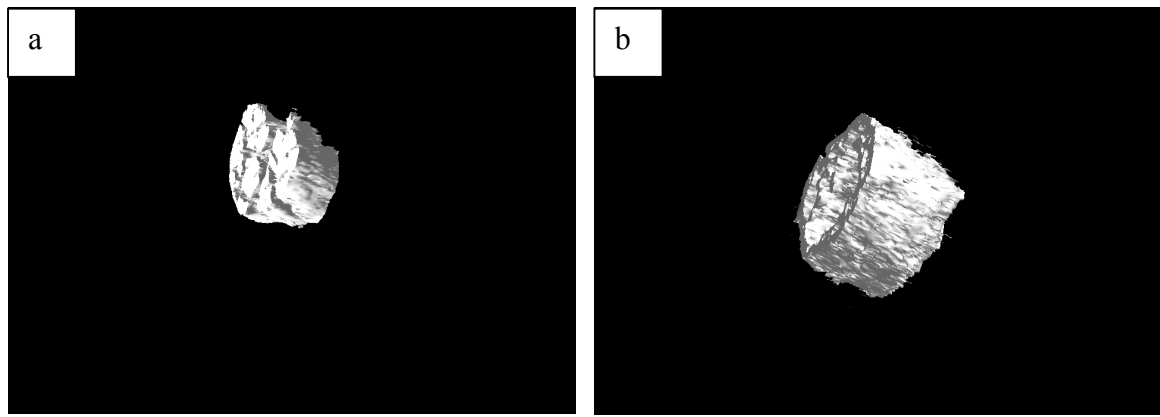
Retinne :  $W/W_0 = 0$ Embourg :  $W/W_0 = 0$ 

Figure VI.11 : Vue à 3 dimensions d'échantillons secs (a) de Retinne et (b) d'Embourg.

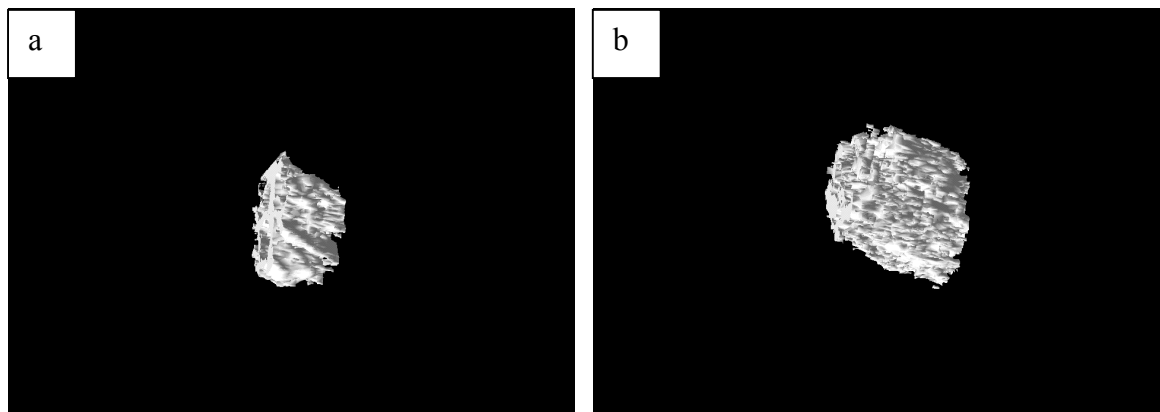
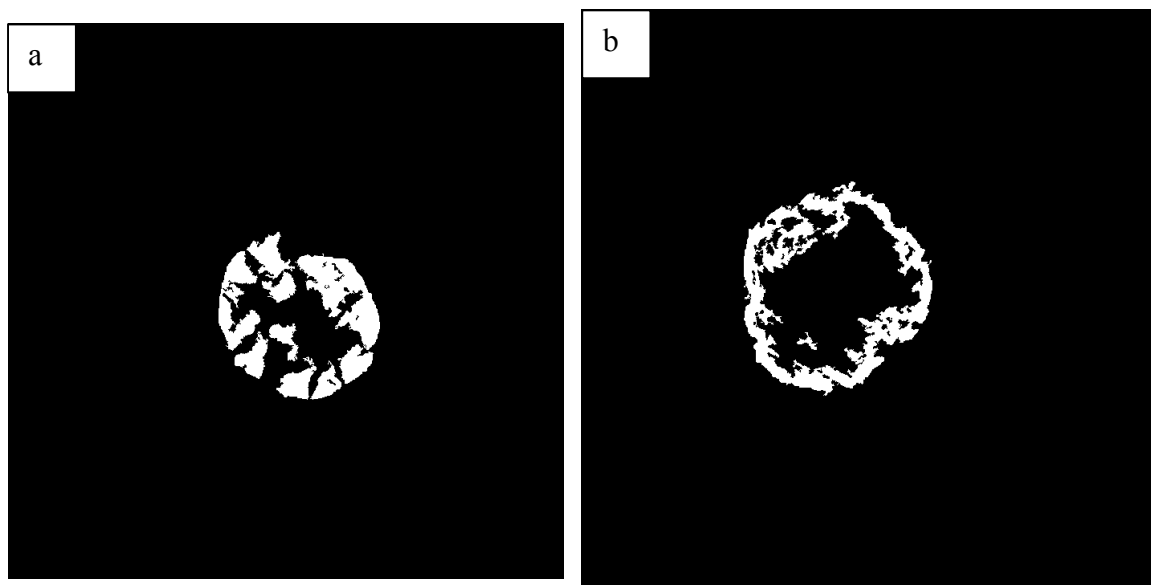
Retinne :  $W/W_0 = 0$ Embourg :  $W/W_0 = 0$ 

Figure VI.12 : Vue à 3 dimensions de la structure des crevasses d'échantillons séchés (a) de Retinne et (b) d'Embourg.

Les mécanismes de fissuration sont aléatoires et très complexes. Différents auteurs s'accordent pour dire que les crevasses se propagent dans la direction orthogonale à la contrainte qui lui a donné naissance (Tsudaka et al., 1991). Akiyama et al. (1997) ont étudié la formation des crevasses durant le séchage d'échantillons cylindriques de poudre d'amidon hydratée. Dans cette configuration, ils trouvent que les contraintes principales sont axiales et que les crevasses se propagent de manière radiale, ce qui correspond à ce qui est observé sur les échantillons de Retinne.

#### 4.2. Analyse morphologique à 2 dimensions

L'analyse morphologique permet de caractériser la texture des échantillons, et particulièrement les fissures. Cette analyse peut être effectuée sur les sections obtenues par tomographie non seulement pour l'état séché de l'échantillon (Figures VI.13) mais aussi pour les états intermédiaires.



Retinne :  $W/W_0 = 0$

Embourg :  $W/W_0 = 0$

**Figure VI.13 : Sections transversales d'échantillons séchés de boue (a) de Retinne et (b) d'Embourg.**

#### 4.2.1. Facteur de forme des sections

La Figure VI.14 montre comment évolue le facteur de forme (cf. chap. III, § 4.5.2.2.) moyen des sections en fonction de  $W/W_0$  pour les deux boues, dans le cas de l'essai 21. Bien que la filière d'extrusion soit circulaire, l'échantillon obtenu après extrusion ( $W/W_0 = 1$ ) possède un facteur de forme supérieur à 1, cette valeur correspondant à un cercle. La déformation par rapport au cercle peut être due à différents facteurs. Premièrement, une manipulation est nécessaire lors de la coupe de l'échantillon et sa mise en place dans le tomographe. Vu le caractère mou des boues déshydratées, cette manipulation peut entraîner une légère déformation. En second lieu, si l'échantillon n'est pas placé de manière parfaitement perpendiculaire à son axe, les coupes transversales obtenues par tomographie sont ovales et non circulaires.

On observe sur la Figure VI.14 que le facteur de forme moyen reste pratiquement constant jusque des valeurs de  $W/W_0$  proches de 0.3-0.4. Sous ces valeurs, le facteur de forme évolue de manière assez erratique pour atteindre une valeur finale ( $W/W_0 = 0$ ) supérieure à la valeur initiale. Ceci indique une déformation, ou un changement de forme, de l'échantillon entre le début et la fin du séchage. Les facteurs de forme obtenus en fin de séchage pour chacune des boues ne sont pas significativement différents. Cependant, on constate que l'écart type en fin de séchage est plus élevé pour Retinne, signifiant une plus grande disparité entre les sections successives investiguées par tomographie. On peut d'ailleurs remarquer que l'écart type est plus élevé vers la fin du séchage (sous  $W/W_0 = 0.3$  à  $0.4$ ) pour les deux boues, signalant des déformations non homogènes de l'échantillon.

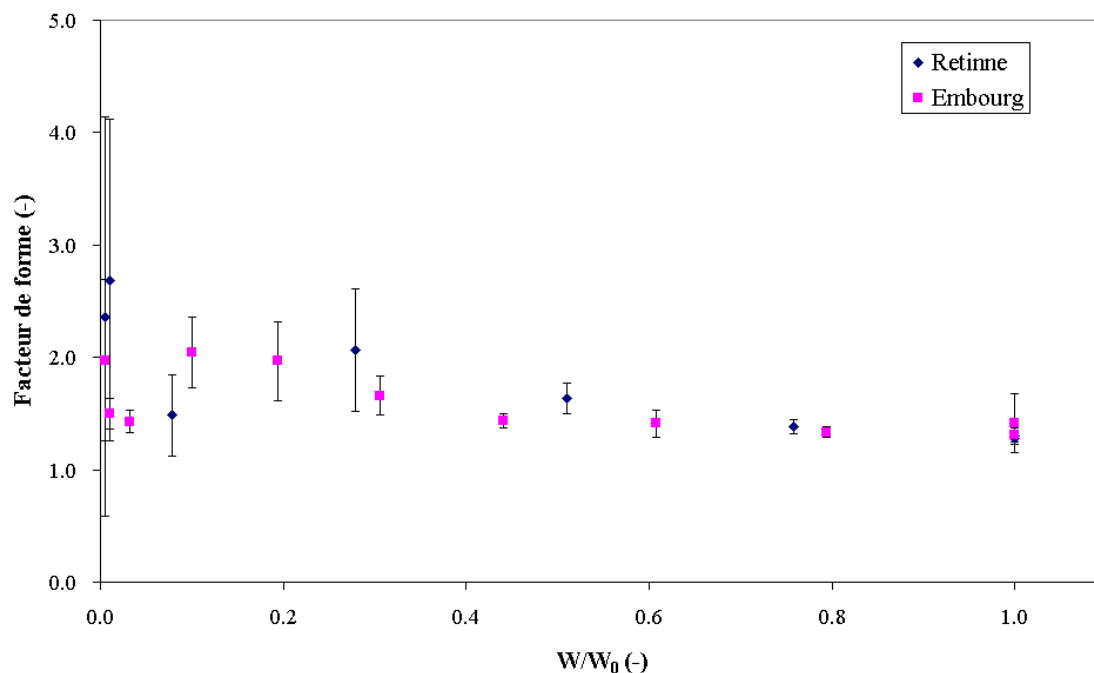


Figure VI.14 : Évolution du facteur de forme moyen des sections en fonction de  $W/W_0$ .

#### 4.2.2. Caractérisation des crevasses

La Figure VI.15 montre l'évolution du nombre moyen de crevasses par section droite d'échantillon en fonction de  $W/W_0$ . Ce nombre de crevasses est, dès le départ, assez élevé puisqu'il comprend l'ensemble des inclusions jusqu'à une taille de 10 pixels. On peut observer que le nombre initial de zones vides est plus important pour la boue d'Embourg que pour celle de Retinne. Ceci peut s'expliquer par la structure de la boue déshydratée qui est différente comme expliqué dans le chapitre IV. Dans le gâteau de boue d'Embourg, on peut deviner des floccs serrés les uns contre les autres piégeant des zones d'air. La structure de la boue de Retinne est plus compacte.

Dans l'échantillon de boue d'Embourg, le nombre de crevasses reste pratiquement constant jusqu'à  $W/W_0 \cong 0.4$  puis diminue continuellement jusqu'en fin de séchage. Cette observation peut être mise en relation avec la Figure VI.16 représentant l'évolution de l'aire moyenne occupée par une crevasse en fonction de  $W/W_0$ . Jusqu'à  $W/W_0 \cong 0.4$ , l'aire moyenne est constante puis augmente progressivement. La diminution du nombre de crevasses est le reflet de connexions qui s'effectuent entre elles : le nombre diminue et l'aire moyenne augmente.

Pratiquement les mêmes conclusions peuvent être tirées pour la boue de Retinne à la différence près que le nombre de crevasses augmente d'abord (sous  $W/W_0 \cong 0.3$ ) avant de diminuer lors de la connexion.

En fin de séchage, les valeurs mesurées pour l'aire moyenne d'une crevasse au sein des sections transversales des deux boues ne sont pas significativement différentes.

La plus grande zone de vide observée pour l'échantillon séché d'Embourg résulte donc essentiellement d'un nombre de fissures plus important (Figure VI.15)

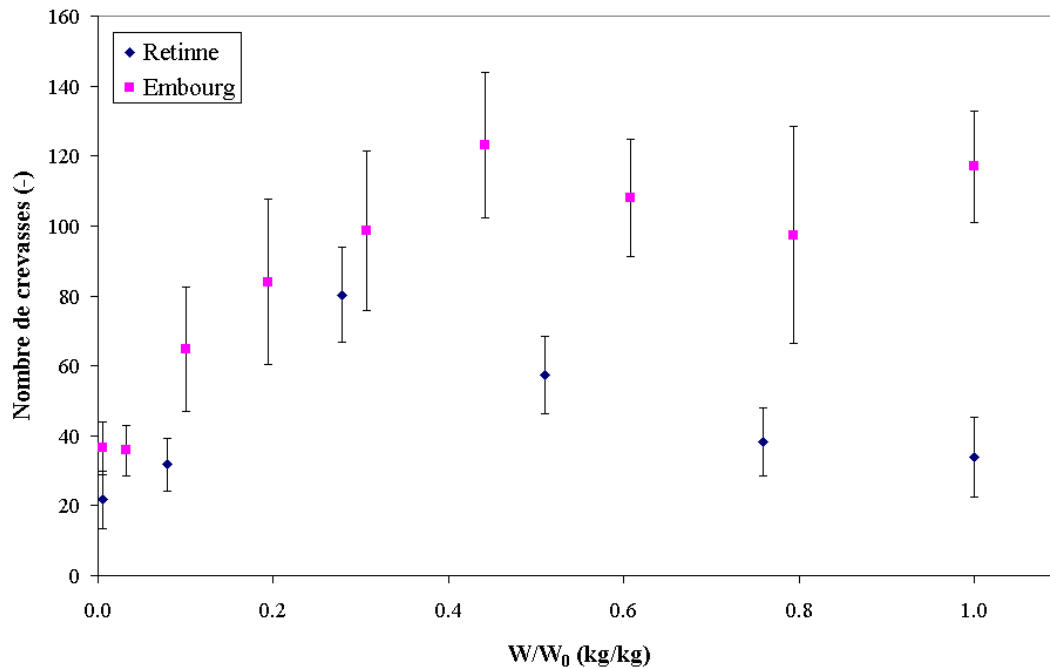


Figure VI.15 : Évolution de nombre moyen de crevasses par section en fonction de  $W/W_0$ .

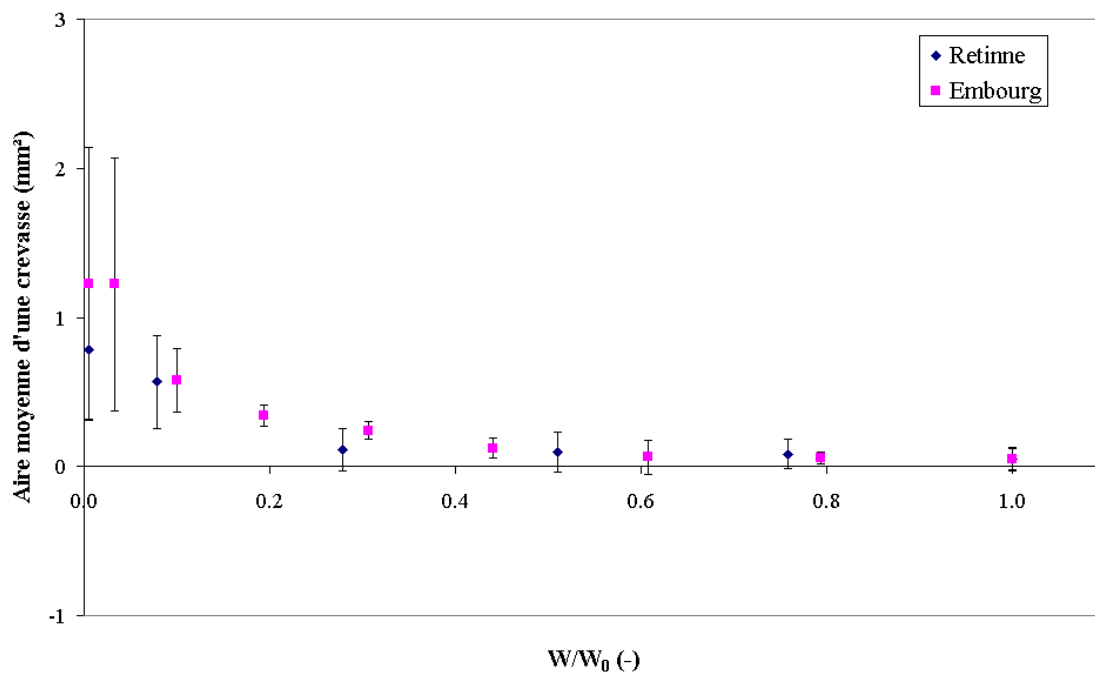


Figure VI.16 : Évolution de l'aire moyenne d'une fissure en fonction de  $W/W_0$ .

Les Figures VI.15 et VI.16 présentent des résultats moyens. L'ensemble des mesures effectuées indique que la zone de vide est le plus souvent constituée par quelques grosses fissures (supérieures à 100 à 30000 pixels) et par un nombre plus important de petites crevasses (inférieures à 100 pixels). Ceci est illustré par les Figures

VI.17 et VI.18 représentant des histogrammes de l'aire des fissures pour quatre sections droites des échantillons séchés ( $W/W_0 = 0$ ) de boue de Retinne et d'Embourg. Un agrandissement est effectué pour les aires de crevasses inférieures à 1300 et 1500 pixels. On observe sur ces figures des fréquences importantes pour les crevasses de petite taille et des fréquences valant l'unité pour les 'grosses' crevasses.

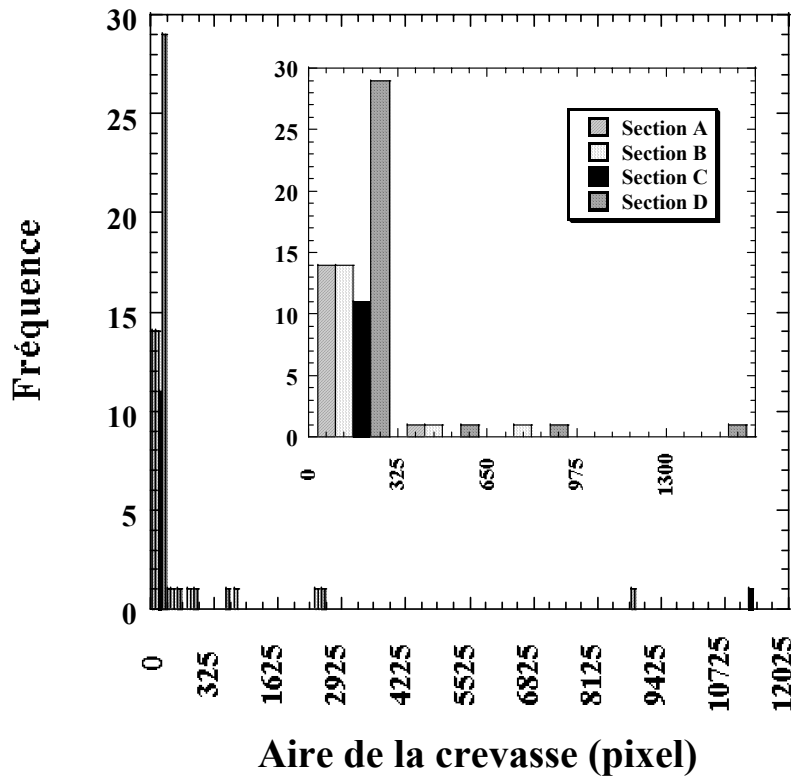


Figure VI.17 : Histogramme de l'aire des crevasses pour quatre sections de l'échantillon séché de la boue de Retinne.

La Figure VI.19 illustre la contribution des crevasses principales à la zone de vide totale. Pour chaque section obtenue par microtomographie, uniquement la plus grande crevasse a été retenue. L'aire moyenne de cette crevasse principale (sur l'ensemble des sections pour une même interruption) est rapportée à la surface totale des crevasses. On observe sur la Figure VI.19 que plus de 70% (Retinne) et 80% (Embourg) de la surface des crevasses est constituée en moyenne par une seule crevasse en fin de séchage, pour  $W/W_0 = 0$ . On peut également remarquer que l'augmentation de la contribution de la crevasse principale qui est observée sous  $W/W_0 = 0.3$  à  $0.4$  selon la boue correspond approximativement au moment où le nombre total de crevasses commence à diminuer.

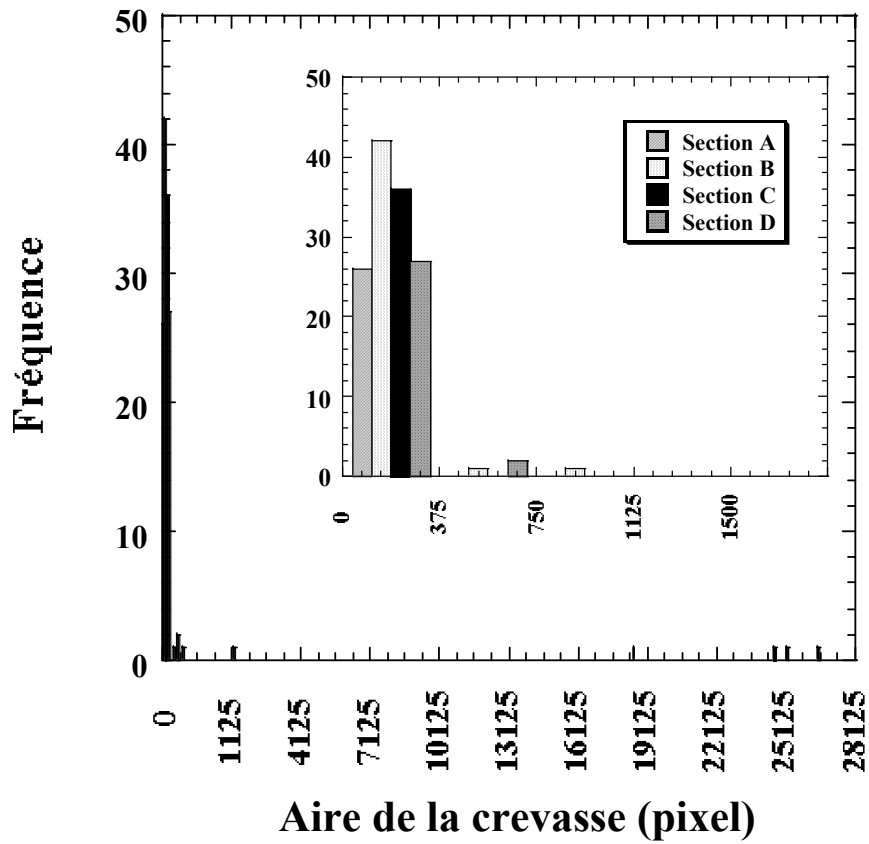


Figure VI.18 : Histogramme de l'aire des crevasses pour quatre sections de l'échantillon séché de la boue d'Embourg.

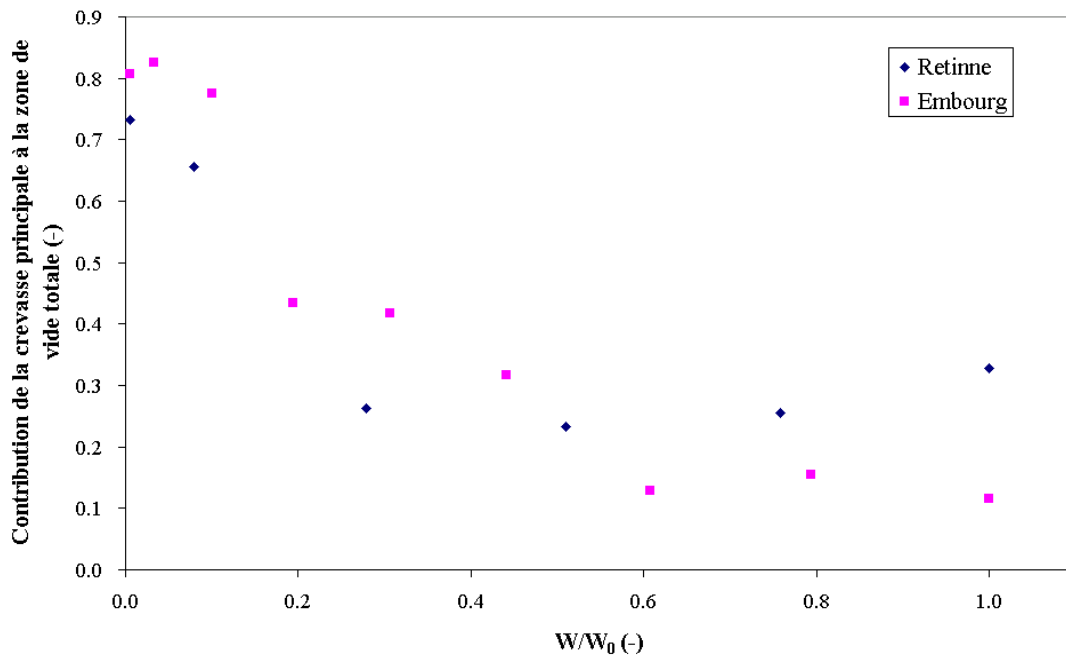


Figure VI.19 : Contribution de la crevasse principale à la zone de vide totale.

Il est possible de caractériser les crevasses par leur excentricité. Les informations se trouvant noyées si l'on effectue des moyennes sur l'ensemble des crevasses, seule l'excentricité correspondant à la crevasse principale de chaque section a été considérée sur la Figure VI.20. Une des seules conclusions que l'on peut tirer de cette figure est la différence d'excentricité des crevasses principales en fin de séchage. Pour rappel, cette crevasse occupe 70 à 80% de l'ensemble de la surface des fissures. On remarque que l'excentricité est plus grande dans le cas de Retinne, ce qui indique que la forme de la fissure se rapproche plus du segment de droite que du cercle. Ceci confirme les observations visuelles.

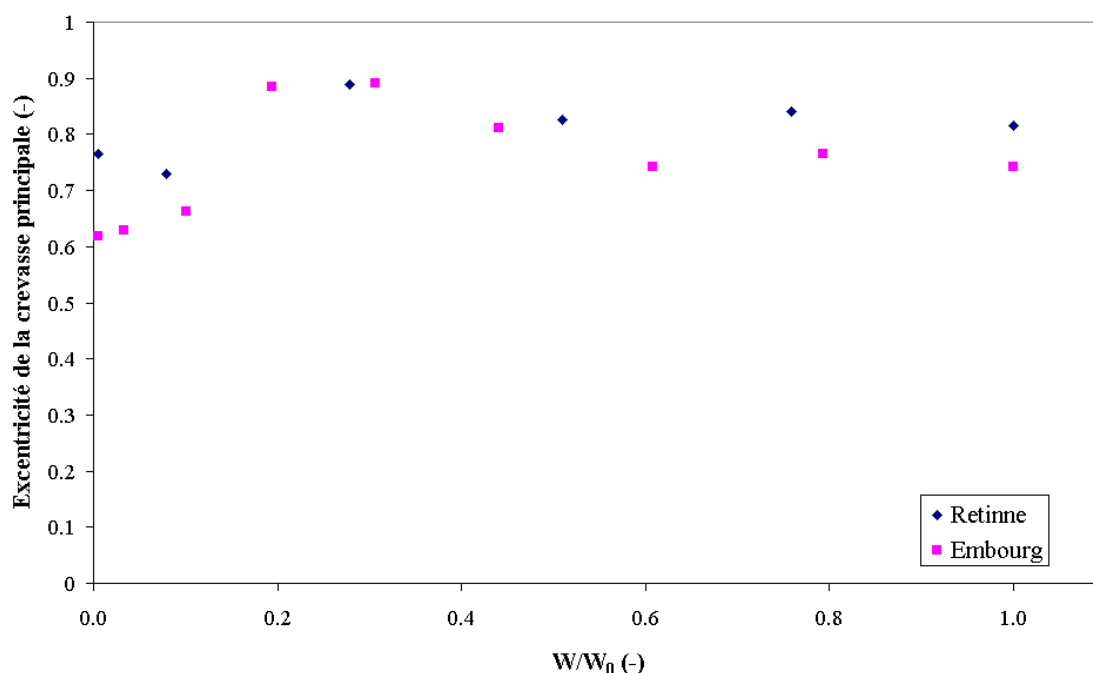


Figure VI.20 : Excentricité de la crevasse principale en fonction de  $W/W_0$ .

La structure des crevasses des échantillons séchés ( $W/W_0 = 0$ ) peut également être caractérisée par leur orientation globale au sein de la section. La Figure VI.21 compare les mesures d'orientation obtenues sur les crevasses -considérées comme un objet unique- et sur les sections transversales remplies lorsque qu'on balaye l'échantillon dans le sens de la hauteur. La mesure d'orientation correspond à l'angle entre l'axe principal de l'ellipse qui possède le même second moment que l'objet analysé et l'horizontale. On remarque sur la Figure VI.21 que l'orientation des sections remplies (cf. méthode de traitement des sections transversales, chap. III, § 4.5.3.1.) est constante sur la hauteur de l'échantillon (environ  $45^\circ$ ), ce qui reflète que l'échantillon possède une forme régulière (les deux courbes sont superposées). Lorsqu'on examine les résultats obtenus sur les crevasses de l'échantillon de Retinne, on observe que l'orientation varie de section à section. Par contre pour l'échantillon d'Embourg, l'orientation des crevasses suit pratiquement exactement celle de la section remplie. Ces résultats confirment les observations faites sur les vues à 3 dimensions (Figure VI.12). Pour Embourg la forme de la zone de vide est cylindrique et proche de la forme de l'échantillon 'global'. Pour Retinne la forme est plus complexe avec des ramifications radiales qui peuvent varier de section à section.

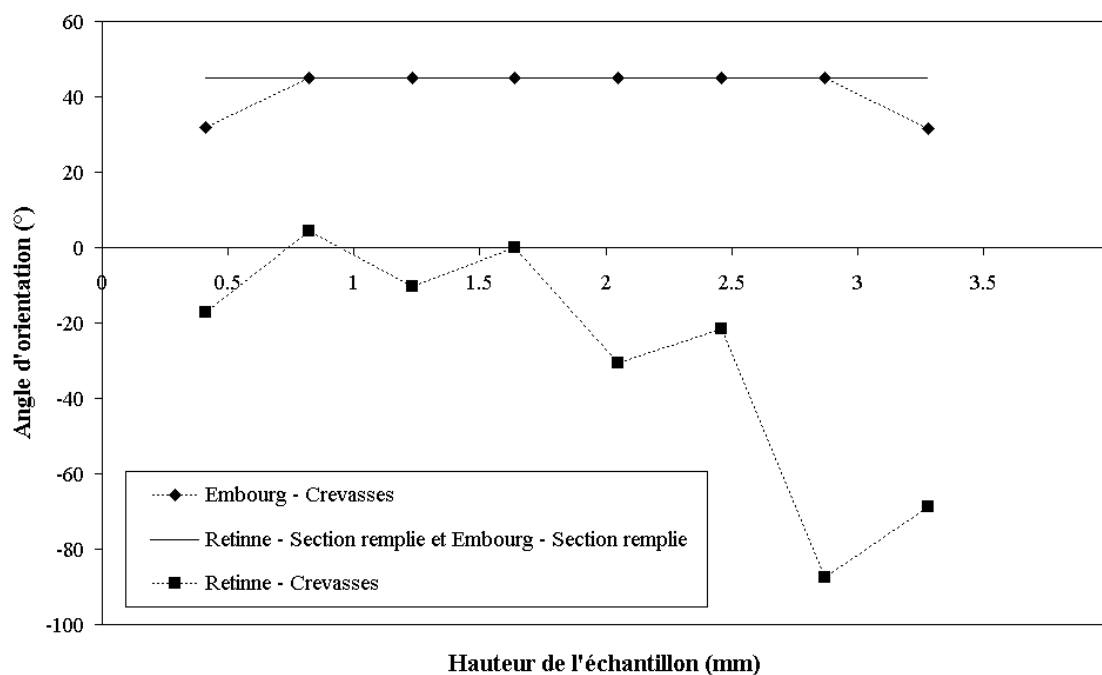


Figure VI.21 : Orientation des sections remplies et des crevasses des échantillons secs de boue de Retinne et d'Embourg.

## 5. Synthèse générale

Ce chapitre étudie la texture d'échantillons de boue d'Embourg et de Retinne obtenus en suivant la même procédure de conditionnement-déshydratation et soumis à au même séchage convectif.

La méthode des isothermes d'adsorption-désorption d'azote et la porosimétrie au mercure révèlent que les deux boues possèdent une structure à la fois mésoporeuse et macroporeuse mais développent de faibles surfaces spécifiques. Les pores possèdent des diamètres situés entre 3 nm et 95  $\mu\text{m}$ , avec des gammes de tailles dominantes entre 3.5 et 5 nm et entre 25 et 30 nm dans les mésopores et aux environs de 16  $\mu\text{m}$  dans les macropores. A notre connaissance, peu de données concernant la porosité des boues d'épuration ont été publiées. Les résultats présentés par Couturier et al. (2000) sont assez proches de ceux obtenus dans cette étude.

La structure poreuse du solide influence la manière dont le transport d'eau s'effectue à l'intérieur de celui-ci. La porosité évolue depuis le début jusqu'à la fin du séchage et il est difficile d'effectuer des mesures caractéristiques du matériau initial. En effet, les techniques classiques telles que les isothermes d'azote et la porosimétrie au mercure nécessitent d'évacuer l'eau présente pour la mesure. Or, l'évacuation de cette eau provoque généralement des modifications de la structure poreuse. Les mesures réalisées sur l'état sec permettent donc de caractériser uniquement l'état final. Par conséquent, des extrapolations à l'état humide sont à prendre avec beaucoup de prudence.



La porosimétrie au mercure montre que l'échantillon d'Embourg possède un volume poreux plus important que celui de Retinne dans la gamme des diamètres de pores étudiés sous la pression atmosphérique ( $13 \mu\text{m} < d_p < 95 \mu\text{m}$ ). La microtomographie à rayons X montre également que les zones de vide initiales sont plus importantes pour Embourg dès avant le séchage. Or les pores dans lesquels le transport d'eau s'effectue ont un rayon supérieur à  $1 \mu\text{m}$ . Sous cette valeur, l'eau est liée (Nadeau et Puiggali, 1995). Le fait que l'on décèle plus de 'grands' pores dans l'échantillon d'Embourg pourrait être reliée aux allures des courbes de séchage observées. On peut en effet penser que le matériau va se désaturer plus vite suite à des tensions superficielles plus faibles. On se situe alors dans une phase de flux décroissant plus rapidement.

La microtomographie permet de détecter des textures finales différentes. Les vues à 3 dimensions et les images binaires des sections transversales montrent que les zones de vide adoptent une forme différente selon les boues. On observe une croûte externe délimitant une zone de vide quasi-circulaire pour Embourg et une série de fissures en travers de l'échantillon pour Retinne. Ces observations sont en partie corroborées par l'analyse des orientations des crevasses au sein des échantillons séchés.

L'analyse morphologique des fissures donne des indications sur le développement de celles-ci. Pour l'essai considéré, il semble que pour Embourg les zones de vide initialement présentes se développent jusqu'à se rejoindre pour former une crevasse principale accompagnée d'une série de petites fissures. En ce qui concerne Retinne, on assiste d'abord à un développement de nouvelles zones de vide avant leur connexion. Tant pour l'étude du facteur de forme, de l'évolution du nombre de crevasse, et de la contribution de la crevasse principale, on observe une transition pour des valeurs de  $W/W_0$  situées entre 0.3 (Retinne) et 0.4 (Embourg). Si on se réfère au chapitre précédent, ces valeurs d'humidité correspondent approximativement à l'émergence des crevasses et aux valeurs maximales observées pour les gradients à la paroi. L'évolution de la texture est donc liée au déroulement du séchage.

## 6. Références

Akiyama, T., Hong, L., et Hayakawa, K. I., "Hygrostress-multicrack formation and propagation in cylindrical viscoelastic food undergoing heat and moisture transfer processes," *Int. J. Heat Mass Transfer*, **40**, 1601-1609 (1997).

Alié, C., Pirard, R., et Pirard, J. P., "Mercury porosimetry: applicability of the buckling-intrusion mechanism to low-density xerogels," *J. Non-Cryst. Solids*, **292**, 138-149 (2001).

Broekhoff, J. C. P., et de Boer, J. H., "Studies on pore systems in catalysts, IX. Calculation of pore distributions from the adsorption branch of nitrogen sorption isotherms in the case of open cylindrical pores," *J. Catal.*, **9**, 8 (1967).

Brunauer, S., Deming, L. S., Deming, W. S., et Teller, E., "On a theory of the van der Waals adsorption of gases," *J. Am. Chem. Soc.*, **62**, 1723-1732 (1940).

Couturier, S., Vaxelaire, J., et Puiggali, J. R., "Convective drying of domestic activated sludge," *Proceedings of the 12th International Drying Symposium, Noordwijkerhout, The Netherlands, Aug 28-31, 2000*, Paper N°44, 2000.

Ferrasse, J.-H., Arlabosse, P., et Lecomte, D., "Heat, momentum, and mass transfer measurements in indirect agitated sludge dryer," *Drying Technol.*, **20**, 749-769 (2002).

Lecloux, A. J., Texture of catalysts. Dans : *Catalysis : Science and Technology vol. 2*, Anderson, J R et Boudart, M., édés ; Springer : Berlin ; pp.171 (1981).

Nadeau, J.-P., et Puiggali, J. R., *Séchage. Des processus physiques aux procédés industriels*, Technique et Documentation - Lavoisier : Paris (1995).

Tsudaka, T., Sakai, N., et Hayakawa, K. I., "Computerized model for strain-stress analysis of food undergoing simultaneous heat and mass transfer," *J. Food Sci.*, **56**, 1438-1445 (1991).

## CHAPITRE VII. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

---

Ce travail contribue à améliorer les connaissances dans le domaine du séchage des boues d'épuration. Dans le contexte européen de l'épuration des eaux usées, cette opération de séchage est amenée à se développer dans un avenir proche. En effet, le problème de la gestion des boues au niveau européen va devenir crucial car les experts s'attendent à une production annuelle dépassant 15 millions de tonnes de matières sèches dès 2005. Le séchage des boues constitue une étape essentielle après la déshydratation, tant en amont de la valorisation agricole que de l'incinération qui demeureront les deux principales filières d'élimination. Malgré l'intérêt évident du séchage des boues, ce procédé est encore mal maîtrisé et l'empirisme domine.

Un acquit important de ce travail est la mise au point d'une technique de production d'échantillons de boue dont la siccité est reproductible, permettant la réalisation de l'étude sur des boues réelles. Des boues de deux stations d'épuration gérées par l'AIDE, à Retinne et à Embourg, ont été utilisées. L'ajout de floculant à raison de 6 g/kg MS suivi d'une filtration d'une heure sous une perte de charge de 300 kPa aboutit à la formation de gâteaux dont la siccité -similaire à celle obtenue sur site réel- vaut  $15.39 \pm 0.70\%$  pour Retinne et  $20.02 \pm 0.75\%$  pour Embourg. Cette procédure de conditionnement et de déshydratation, associée à une opération d'extrusion permet la production d'échantillons cylindriques utilisés tout au long du travail. Des essais de séchage convectif réalisés sur des échantillons issus des gâteaux de filtration ne permettent pas de mettre en évidence une influence de la pression de filtration ou du dosage de floculant sur la cinétique de séchage.

La caractérisation rhéologique des gâteaux de filtration montre que le paramètre siccité est important car les propriétés rhéologiques sont liées à cette teneur en eau. Les valeurs de ces propriétés rhéologiques, des résistances à la filtration et des teneurs en eau liées obtenues par les isothermes de désorption tendent à montrer que la boue de Retinne déshydratée est plus compacte et rigide que la boue d'Embourg. Ces observations sont sans doute liées à la composition de la boue de Retinne qui a été chaulée et contient un taux de matières minérales plus élevé.

Cette thèse montre ensuite que la microtomographie à rayons X constitue un outil de choix, encore peu utilisé en génie chimique, pour le suivi de la texture d'échantillons individuels de boues d'épuration soumis à un séchage convectif. Grâce au développement d'une méthodologie d'analyse d'images originale, il est possible de quantifier à la fois le retrait de l'échantillon, les fissures et les gradients d'humidité à la paroi. En outre, les données issues de la tomographie sont essentielles pour passer des courbes de vitesse de séchage, obtenues à l'aide du microsécheur convectif, aux courbes de flux matériel. Par rapport aux techniques classiques utilisées pour déterminer le retrait, les fissures ou les profils d'humidité, la microtomographie présente les avantages

d'être non-destructive, de posséder une résolution spatiale élevée (41  $\mu\text{m}$ ) et d'être d'un usage relativement aisé et rapide. La détermination des profils d'humidité, en particulier, est assez remarquable. A notre connaissance il s'agit de la première fois que la microtomographie est utilisée à cette fin.

L'analyse de l'influence des conditions opératoires (température, vitesse superficielle et humidité absolue de l'air) sur le séchage d'échantillons des deux boues étudiées montre à la fois des similitudes et des différences de comportement.

Les boues de Retinne et d'Embourg présentent toutes deux un retrait isotrope caractérisé par une longue zone linéaire suivie d'un plateau correspondant au volume final. Le volume final atteint est en moyenne plus faible pour la boue de Retinne. Pour cette boue, le retrait peut être considéré indépendant des variables opératoires et une courbe unique suffit à le caractériser dans tous les cas. Par contre, pour la boue d'Embourg, le retrait est sensible à la température et à l'humidité de l'air, probablement suite au phénomène de durcissement-croûtage.

En ce qui concerne le flux de séchage, on observe, pour les deux boues, que les trois variables opératoires possèdent une influence sur la cinétique avec un effet plus important de la température par rapport à la vitesse superficielle et à l'humidité de l'air. L'analyse de l'influence des variables opératoires montre que, pour chaque boue, il existe des limitations extragranulaires au transfert pendant une longue période.

Les courbes de flux matériel obtenues diffèrent essentiellement par la présence (Retinne) ou l'absence (Embourg) d'un plateau à flux constant. Pour Retinne, la présence d'une zone à flux constant permet de déterminer les coefficients de transfert de matière et de chaleur, et de les exprimer par l'intermédiaire de relations adimensionnelles. Pour Embourg, l'absence de plateau et les valeurs de flux systématiquement inférieures à celles de Retinne se justifient par l'apparition presque immédiate de résistances intragranulaires au transfert. Les coefficients de transfert effectifs calculés indiquent que la part prise par les résistances intragranulaires vaut en moyenne 17% de la résistance globale présente dès le début du séchage. Les résistances intragranulaires ont pour effet un assèchement partiel de la surface qui est confirmé par la présence de gradients d'humidité à la paroi.

Pour les deux boues, les courbes de ratio de crevasse sont modélisées par une loi hyperbolique à deux paramètres. L'évolution de l'un des paramètres avec le flux maximal ou avec le flux au plateau indique que le développement des crevasses est retardé lorsque les conditions de séchage sont plus douces. On montre ensuite que cette observation est liée à l'apparition de gradients d'humidité à la paroi. En effet, on peut établir une relation entre le ratio crevasse et les profils d'humidité. Les profils d'humidité sont quant à eux majoritairement induits par la présence de résistances intragranulaires au transfert.

Les coefficients de diffusion sont déterminés à partir des profils d'humidité et des courbes de flux de matière. Ils diminuent au fur et à mesure que le matériau sèche, indiquant que les résistances intragranulaires augmentent. Les valeurs obtenues pour Embourg sont systématiquement plus faibles que pour Retinne, confirmant la plus grande importance des résistances intragranulaires lors du séchage d'échantillons de boue d'Embourg.

Un découpage multi-zones des courbes de flux permet de relier entre eux des phénomènes se produisant conjointement lors du séchage des boues. Globalement, l'apparition de résistances intragranulaires a pour conséquence le développement de gradients d'humidité à la paroi. Suite à ces gradients, des crevasses se développent selon une importance qui dépend de la valeur des gradients. Un développement important de crevasses couplé à un assèchement de la paroi peut entraîner un ralentissement du retrait.

Différentes méthodes de caractérisation (microscopie électronique à balayage, porosimétrie au mercure et analyse des isothermes d'adsorption-désorption d'azote) montrent que les textures finales des deux types d'échantillons sont fort différentes. Les vues à 3 dimensions et les images binaires des sections transversales, notamment, montrent que les zones de vide finales adoptent une forme différente selon les boues. On observe une croûte externe délimitant une zone de vide quasi-circulaire pour Embourg et une série de fissures en travers de l'échantillon pour Retinne. L'analyse morphologique des fissures donne des indications sur la manière dont celles-ci se développent et met en évidence l'existence d'une relation entre la texture et la cinétique.

La caractérisation de la structure poreuse montre que la boue d'Embourg contient un volume poreux plus important dans la gamme des 'grands pores' contribuant au transport de l'eau. Ceci pourrait expliquer, en partie, l'apparition rapide de résistances intragranulaires au transfert suite à une désaturation du matériau liée à des tensions superficielles plus faibles.

Différentes perspectives peuvent être envisagées dans le prolongement de ces recherches. Une première piste serait l'application de la méthodologie mise au point pour l'étude de la fissuration à des matériaux pour lesquels le critère de qualité est crucial. Le domaine agroalimentaire serait particulièrement intéressant dans ce cadre.

L'ensemble des images obtenues par microtomographie a été traité à deux dimensions. Une deuxième piste consisterait à caractériser la morphologie et la texture du matériau en travaillant sur les vues en trois dimensions, et à comparer les résultats avec ceux de l'analyse en deux dimensions. L'analyse d'images en trois dimensions devrait permettre d'accéder à de nouveaux paramètres comme la connexité.

Les essais de séchage ont été menés sur des extrudats individuels. L'étude du séchage en lit fixe à une échelle pilote intermédiaire pourrait constituer une troisième piste de recherche. Cette première étape d'extrapolation pourrait ensuite conduire à la modélisation de sécheurs industriels.

Pour terminer, il serait intéressant de modéliser les cinétiques de séchage et de retrait en tenant compte des aspects mécaniques. En effet, la prise en compte de ces aspects est nécessaire dans le cas de solides fortement déformables comme les boues. Des essais préliminaires -en collaboration avec le laboratoire MSM de Rhéologie des Géomatériaux dirigé par le Professeur Charlier- ont d'ores et déjà été effectués en utilisant un code d'éléments finis à grandes déformations (le code LAGAMINE) permettant de coupler les transferts de matière et de chaleur avec les déformations mécaniques. Les premiers résultats se sont révélés prometteurs.

## LISTE DES SYMBOLES ET ACRONYMES

---

### Lettres latines

$a_e$	activité de l'eau	[-]
$A$	surface externe du matériau	$m^2$
$A$	surface de filtration	$m^2$
$A_0$	surface externe initiale du matériau	$m^2$
$Bi_m$	nombre de Biot matériel	[-]
$c_{p,a}$	chaleur spécifique de l'air humide (Annexe VI)	$J.kg^{-1}.^{\circ}C^{-1}$
$C$	concentration	$kg.m^{-3}$
$C$	concentration	$kmol.m^{-3}$
$C_{BET}$	constante BET	[-]
$C_{\text{évap}}$	capacité évaporatoire	$kg.m^{-2}.s^{-1}$
$C_G$	constante de Guggenheim	[-]
$d_{\text{éq}}$	diamètre équivalent	mm
$d_p$	diamètre de pore	nm
$D$	coefficient de diffusion	$m^2.s^{-1}$
$D$	débit d'air (Annexe I)	$lN.min^{-1}$
$D_{AB}$	diffusivité de la vapeur d'eau dans l'air (Annexe VI)	$m^2.s^{-1}$
$DBO_5$	demande biologique en oxygène à 5 jours	$mg.l^{-1}$
$DCO$	demande chimique en oxygène	$mg.l^{-1}$
$E$	énergie du rayon X	kV
$E.H.$	équivalent habitant	[-]
$EQM$	erreur quadratique moyenne	
$\Delta E$	variation d'énergie	J
$f$	fonction représentant la section à reconstruire (Annexe III)	$m^{-1}$
$F$	flux matériel de séchage	$kg.m^{-2}.s^{-1}$
$F$	transformée de Fourier de la fonction $f$ (Annexe III)	m
$F_f$	facteur de forme	[-]
$F_c$	flux au plateau	$kg.m^{-2}.s^{-1}$
$G$	module de cisaillement ou de rigidité	Pa
$G'$	module élastique	Pa
$G''$	module visqueux	Pa
$\bar{G}$	module complexe	Pa
$h$	hauteur de montée dans un capillaire	m
$h$	coefficient de transfert de chaleur	$W.m^{-2}.^{\circ}C^{-1}$
$H$	hauteur	mm
$HR$	humidité relative de l'air	%
$\Delta H_{\text{vap}}$	chaleur latente de vaporisation	$J.kg^{-1}$
$I$	intensité du rayon X transmis	[-]

$I_0$	intensité du rayon X incident	[-]
J	complaisance élastique	Pa <sup>-1</sup>
J	flux de matière	kmol.m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup>
$\bar{J}$	complaisance élastique complexe	Pa <sup>-1</sup>
k	coefficient de transfert de matière	m.s <sup>-1</sup>
$k_{\text{eff}}$	coefficient de transfert de matière effectif	m.s <sup>-1</sup>
K	constante du modèle GAB	[-]
K	perméabilité	m <sup>2</sup>
$K'_c$	facteur de formation modifié	kg MS.m <sup>-3</sup>
LAG	demi-longueur du filtre dans la formule de Lanczos	[-]
LC	limite de confiance	
L	dimension caractéristique	m
MES	matières en suspension	mg/l
M	masse	kg
$M_c$	masse du gâteau de filtration	kg
$M_e$	masse d'eau	kg
$M_f$	masse finale du matériau	kg
$M_0$	masse initiale du matériau	kg
$M_s$	masse de solide sec	kg
MS	teneur en matières sèches	kg ou %
$MS_0$	teneur en matières sèches initiale	kg ou %
MSV	teneur matières solides volatiles	%/kg MS
N	vitesse de séchage	kg.s <sup>-1</sup>
NG	niveau de gris	[-]
Nu	nombre de Nusselt	[-]
p	intégrale de ligne	[-]
P	pression	Pa
$P_{\text{atm}}$	pression atmosphérique	Pa
$P_c$	pression capillaire	Pa
$P_e$	pression de vapeur d'eau	Pa
$P_e^{\text{sat}}$	pression de vapeur d'eau saturante	Pa
$P_l$	pression du liquide	Pa
$P_i$	pression de vapeur d'eau à l'interface air-matériau	Pa
$P_\theta$	projection d'un objet illuminé sous un angle $\theta$ en géométrie parallèle (Annexe III)	[-]
Pr	nombre de Prandtl	[-]
$\Delta P$	perte de charge ou différence de pression	kPa
$\Delta P_0$	perte de charge de référence	kPa
PCI	pouvoir calorifique inférieur	J.kg <sup>-1</sup>
Q	flux de chaleur	J.m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup>
$Q_s$	chaleur isostérique de désorption	J.mol <sup>-1</sup>
r	rayon de pore	nm
R	constante des gaz parfait	J.mol <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>
R	rayon de courbure du ménisque	m
$R^2$	coefficient de corrélation	[-]
Re	nombre de Reynolds	[-]



RES	somme des carrés des résidus	
RSF	résistance spécifique à la filtration	$\text{m.kg}^{-1}$
RSF <sub>0</sub>	résistance spécifique à la filtration de référence	$\text{m.kg}^{-1}$
s	coefficient de compressibilité	[-]
s <sup>2</sup>	carré moyen	
S <sub>θ</sub>	transformée de Fourier de la fonction P <sub>θ</sub> (Annexe III)	m
Sc	nombre de Schmidt	[-]
Sh	nombre de Sherwood	[-]
t	temps	s
T	température	°C
T <sub>a</sub>	température de l'air	°C
T <sub>h</sub>	température humide	°C
T <sub>i</sub>	température à l'interface air-matériau	°C
T <sub>s</sub>	température de surface	°C
v	vitesse superficielle de l'air	$\text{m.s}^{-1}$
v <sub>hum</sub>	volume humide	$\text{m}^3(\text{kg air sec})^{-1}$
v <sub>hum</sub> <sup>N</sup>	volume humide dans les conditions normales (Annexe II)	$\text{m}^3(\text{kg air sec})^{-1}$
V	volume de l'échantillon	$\text{m}^3$
V <sub>1</sub>	volume de filtrat	$\text{m}^3$
V <sub>10</sub>	volume de filtrat équivalant à la résistance de la précouche et du support	$\text{m}^3$
V <sub>0</sub>	volume initial de l'échantillon	$\text{m}^3$
V <sub>hg</sub>	volume poreux déterminé par porosimétrie au mercure	$\text{cm}^3.\text{g}^{-1}$
V <sub>m</sub>	volume molaire	$\text{m}^3/\text{mol}$
V <sub>p</sub>	volume poreux (BET)	$\text{cm}^3.\text{g}^{-1}$
W	teneur en eau sur base sèche	$\text{kg eau}.\text{(kg solide sec)}^{-1}$
W <sub>crit</sub>	teneur en eau en fin de zone de séchage à flux constant	$\text{kg eau}.\text{(kg solide sec)}^{-1}$
W <sub>éq</sub>	teneur en eau à l'équilibre	$\text{kg eau}.\text{(kg solide sec)}^{-1}$
W <sub>0</sub>	teneur en eau sur base sèche initiale	$\text{kg eau}.\text{(kg solide sec)}^{-1}$
W <sub>m</sub>	teneur en eau de la monocouche (BET)	$\text{kg eau}.\text{(kg solide sec)}^{-1}$
W <sub>s</sub>	teneur en eau à la surface de l'échantillon	$\text{kg.kg}^{-1}$
x	distance entre la paroi et le centre de l'échantillon	mm
Y	humidité absolue de l'air	$\text{kg eau}.\text{(kg air sec)}^{-1}$
Y <sub>a</sub>	humidité absolue de l'air de séchage	$\text{kg eau}.\text{(kg air sec)}^{-1}$
Y <sub>eff</sub>	humidité absolue de l'air effective à l'interface air-matériau	$\text{kg eau}.\text{(kg air sec)}^{-1}$
Y <sub>i</sub>	humidité absolue de l'air à l'interface air-matériau	$\text{kg eau}.\text{(kg air sec)}^{-1}$
Y <sub>sat</sub>	humidité absolue à la saturation	$\text{kg eau}.\text{(kg air sec)}^{-1}$
Z	nombre atomique	[-]

**Lettres grecques**

$\alpha$	seuil de signification	[-]
$\alpha$	penne de l'isotherme de désorption	kg eau.(kg air sec) <sup>-1</sup> .Pa <sup>-1</sup>
$\delta$	angle de perte	°
$\gamma$	déformation (en cisaillement)	[-]
$\dot{\gamma}$	vitesse de déformation (en cisaillement)	s <sup>-1</sup>
$\bar{\gamma}$	déformation complexe	[-]
$\gamma_{gs}$	énergie d'interface gaz-solide	J.m <sup>-2</sup>
$\gamma_{lg}$	énergie d'interface liquide-gaz	J.m <sup>-2</sup>
$\gamma_{sl}$	énergie d'interface solide-liquide	J.m <sup>-2</sup>
$\lambda$	conductivité thermique (Annexe VI)	W.m <sup>-1</sup> .°C <sup>-1</sup>
$\mu$	coefficient d'atténuation linéaire des rayons X	m <sup>-1</sup>
$\mu$	viscosité dynamique	Pa.s
$\mu_l$	viscosité dynamique du filtrat	Pa.s
$\nu$	viscosité cinématique	m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup>
$\theta$	coordonnée de position angulaire en géométrie parallèle (Annexe VI)	°
$\rho$	masse volumique	kg.m <sup>-3</sup>
$\rho_a$	masse volumique de l'air humide	kg.m <sup>-3</sup>
$\rho_s$	masse volumique du solide	kg.m <sup>-3</sup>
$\sigma$	tension superficielle	N.m <sup>-1</sup>
$\tau$	contrainte de cisaillement	Pa
$\tau'$	contrainte de cisaillement en phase avec déformation	Pa
$\tau''$	contrainte de cisaillement déphasée de 90°	Pa
$\bar{\tau}$	contrainte de cisaillement complexe	Pa
$\omega$	fréquence	s <sup>-1</sup>
$\omega$	variable dans le domaine de Fourier	m <sup>-1</sup>

**Systèmes de coordonnées**

(x,y)	système de coordonnées cartésiennes
(t,s)	système de coordonnées axiales, mesurées le long du détecteur et du rayon incident (Annexe III)
(u,v)	variables dans le domaine de Fourier (Annexe III)

## GLOSSAIRE

---

**Azote Kjeldahl (mg/l)** : La mesure de l'Azote Kjeldahl comprend l'ammoniac, les nitrites, les nitrates, l'urée et l'azote organique.

**DBO<sub>5</sub> (mg/l)** : La Demande Biologique en Oxygène à 5 jours représente la quantité d'oxygène nécessaire aux microorganismes pour décomposer dans des conditions d'incubation données et en 5 jours les matières qu'ils sont capables de métaboliser.

**DCO (mg/l)** : La Demande Chimique en Oxygène représente la quantité d'oxygène pour nécessaire pour oxyder, à partir d'un oxydant puissant, les matières réductrices contenues dans l'eau.

**HAP** : hydrocarbures aromatiques polycycliques.

**Hygroscopique** : se dit d'un matériau qui absorbe l'humidité de l'air.

**Matériau capillo-poreux** : matériau poreux dont la taille des pores est telle que la teneur en eau libre est non nulle.

**MES (mg/l)** : Les Matières En Suspension représentent la fraction non dissoute des éléments polluant les eaux usées.

## Annexe I : Propriétés de l'air humide

### Pression de vapeur saturante (Pa)

Si  $T_a > 45^\circ\text{C}$

$$P_e^{\text{sat}} = \exp\left(23.1964 - \frac{3816.44}{T_a + 227.05}\right)$$

Si  $0 < T_a < 45^\circ\text{C}$

$$P_e^{\text{sat}} = \exp\left(23.3265 - \frac{3802.7}{T_a + 273.18} - \left(\frac{472.68}{T_a + 273.18}\right)^2\right)$$

### Volume humide ( $\text{m}^3/\text{kg air sec}$ )

$$V_{\text{hum}} = \frac{(461.5 \cdot Y + 287.1) \cdot (T_a + 273.15)}{P_{\text{atm}}}$$

### Masse volumique ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )

$$\rho_a = \left(\frac{P_e}{461.5} + \frac{P_{\text{atm}} - P_e}{287.1}\right) \cdot \frac{1}{T_a}$$

### Température humide ( $^\circ\text{C}$ )

$$T_h = \frac{1810.8 \cdot (P_e^{\text{sat}}(T_h) - P_e) - T_a \cdot (P_{\text{atm}} - P_e^{\text{sat}}(T_h))}{2 \cdot P_e^{\text{sat}}(T_h) - P_e - P_{\text{atm}}}$$

Le calcul est itératif car il nécessite connaître la pression de vapeur saturante à la température humide.

### Référence

Nadeau, J.-P., et Puiggali, J. R., *Séchage. Des processus physiques aux procédés industriels*, Technique et Documentation - Lavoisier : Paris (1995).

## Annexe II : Fixation des conditions opératoires

### Calcul de la vitesse superficielle de l'air

La valeur de consigne de débit D est fixée en litres normaux par minutes. En divisant D préalablement transformé en m<sup>3</sup> normaux par seconde par le volume humide de l'air dans les conditions normales (0°C et 101325 Pa)  $v_{\text{hum}}^N$ , on obtient le débit d'air en kg d'air sec par seconde. La mesure de température et d'humidité relative de l'air après humidification et chauffage de l'air permet de déterminer la teneur absolue en eau de l'air ainsi que sa masse volumique. Il suffit donc de multiplier le débit massique d'air sec par 1+Y pour obtenir le débit massique total et de diviser ensuite par la masse volumique pour déterminer le débit volumique en m<sup>3</sup>/s. On obtient la vitesse superficielle de l'air v en m/s en divisant par la section de la conduite (en m<sup>2</sup>).

$$v = \frac{D \cdot (1 + Y)}{1000 \cdot 60 \cdot v_{\text{hum}}^N \cdot \rho_a(T, HR) \cdot \text{Section conduite}}$$

### Fixation de la consigne de production d'humidité du générateur de vapeur

La vitesse superficielle que l'on veut obtenir fixe le débit volumique d'air. Connaissant la température et l'humidité que l'on veut réaliser, on peut calculer la masse volumique de l'air et déterminer le débit massique 'air + vapeur d'eau' correspondant. A partir de cette valeur, de l'humidité absolue et de l'humidité ambiante, on peut déterminer les débits d'air sec (rigoureusement cette air contient le taux d'humidité ambiante) et de vapeur d'eau nécessaires et fixer les consignes correctes en litres normaux par minute pour l'air sec et en pourcentage de production maximale (5 kg/heure) pour le générateur de vapeur.

## Annexe III : Tomographie à rayons X

### Algorithme de rétro-projection filtrée (Kak et Slaney, 1988)

Le « Fourier Slice Theorem » exprime que la transformée de Fourier à une dimension d'une projection d'un objet est égale à un élément de la transformée de Fourier à deux dimensions de ce même objet. A partir de la projection d'un objet, il est donc possible de retrouver l'objet original en prenant l'inverse d'une transformée de Fourier à deux dimensions de la transformée de Fourier de la projection.

La transformée de Fourier à deux dimensions  $F(u,v)$  de la fonction représentant l'objet  $f(x,y)$  est exprimée s'exprime par l'Éq. 1.

$$F(u,v) = \int_{-\infty-\infty}^{+\infty+\infty} f(x,y) e^{-j2\pi(ux+vy)} dx dy \quad (1)$$

La transformée de Fourier à une dimension d'une projection  $P_\theta(t)$  de cet objet selon l'angle  $\theta$  est donnée par l'Éq. 2.

$$S_\theta(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} P_\theta(t) e^{-j2\pi\omega t} dt \quad (2)$$

L'expression de la projection d'un l'objet  $P_\theta$  est donnée par l'Éq. 4 si on effectue un changement de coordonnées par rotation du référentiel initial (Éq. 3):

$$\begin{bmatrix} t \\ s \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos\theta & \sin\theta \\ -\sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x \\ y \end{bmatrix} \quad (3)$$

$$P_\theta(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t,s) ds \quad (4)$$

Si on introduit la définition de la projection dans l'Éq. 2 on obtient l'expression suivante :

$$S_\theta(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} \left[ \int_{-\infty}^{+\infty} f(t,s) ds \right] e^{-j2\pi\omega t} dt \quad (5)$$

Le passage au référentiel  $(x,y)$  suivant les relations de l'Éq. 3 fournit l'Éq. 6.

$$S_\theta(\omega) = \int_{-\infty-\infty}^{+\infty+\infty} f(x,y) e^{-j2\pi\omega(x\cos\theta+y\sin\theta)} dx dy \quad (6)$$

On obtient donc l'égalité du Slice Fourier Theorem (Éq. 7)

$$S_{\theta}(\omega) = F(\omega \cos \theta, \omega \sin \theta) \quad (7)$$

Dans la pratique, les algorithmes de reconstruction se basent sur une réécriture de ce théorème en coordonnées polaires.

D'après le Slice Fourier Theorem, un objet peut être exprimé comme l'inverse de la transformée à deux dimensions de la transformée de Fourier à une dimension des projections de ce même objet.

$$f(x, y) = \int_{-\infty-\infty}^{+\infty+\infty} F(u, v) e^{j2\pi(ux+vy)} dx dy \quad (8)$$

Après passage au système de coordonnées polaires ( $u = \omega \cos \theta$ ,  $v = \omega \sin \theta$  et  $du dv = \omega d\omega d\theta$ ) on obtient :

$$f(x, y) = \int_0^{2\pi+\infty} \int_0^{\infty} F(\omega, \theta) e^{j2\pi\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)} \omega d\omega d\theta \quad (9)$$

En subdivisant l'intégrale en deux intégrales (intégration entre 0 et  $\pi$  puis entre  $\pi$  et  $2\pi$ ) et en utilisant les propriétés des transformées de Fourier l'Éq. 9 peut s'écrire :

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} \left[ \int_{-\infty}^{+\infty} F(\omega, \theta) |\omega| e^{j2\pi\omega t} d\omega \right] d\theta \quad \text{avec } t = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (10)$$

Si on remplace  $F(u, v)$  par l'expression de la transformée de Fourier de la projection de l'objet sous l'angle  $\theta$   $S_{\theta}(\omega)$  on obtient :

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} \left[ \int_{-\infty}^{+\infty} S_{\theta}(\omega) |\omega| e^{j2\pi\omega t} d\omega \right] d\theta \quad (11)$$

Cette intégrale peut être exprimée sous la forme :

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} Q_{\theta}(x \cos \theta + y \sin \theta) d\theta \quad (12)$$

avec

$$Q_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} S_{\theta}(\omega) |\omega| e^{j2\pi\omega t} d\omega \quad (13)$$

L'expression de  $Q_{\theta}(t)$  représente une opération de filtrage des projections pour laquelle la réponse fréquentielle du filtre est donnée par  $|\omega|$ , d'où le qualificatif d'algorithme de rétroprojection filtrée. Pratiquement l'Éq. 13 est implémentée suivant l'Éq. 14 dans laquelle  $H$  est une fonction de transfert.

$$Q_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} S_{\theta}(\omega)H(\omega)e^{j2\pi\omega t} d\omega \quad (14)$$

$$H(\omega) = |b_{\omega}|b_{\omega}(\omega) \quad (15)$$

$b_{\omega}$  vaut 1 lorsque  $|\omega|$  est inférieur à l'inverse du double de la fréquence d'échantillonnage et est nul autrement.

L'expression du filtre  $h(t)$  est obtenue par le calcul de la transformée de Fourier inverse de la fonction de transfert  $H(\omega)$ .

$$h(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} H(\omega)e^{j2\pi\omega t} d\omega \quad (16)$$

Le théorème de convolution permet d'écrire la projection filtrée de la manière suivante :

$$Q_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} P_{\theta}(t')h(t-t')dt' \quad (17)$$

L'opération de convolution s'effectue dans l'espace fréquentiel car elle se réduit à une multiplication de deux transformées de Fourier (au lieu d'une intégration dans le domaine temporel). L'algorithme 'FFT', Fast Fourier Transform, est utilisé à cet effet.

### Fenêtre de Hamming

Une opération de filtrage supplémentaire peut être effectuée par l'ajout d'une fenêtre de Hamming. Pratiquement cela revient à multiplier les deux transformées de Fourier correspondant au produit de convolution de l'Éq. 17 par une fonction de filtrage. Dans le domaine de Fourier, le filtre de Hamming est représenté par la fonction  $K(\omega)$  dans laquelle  $f_m$  est la fréquence maximum, égale à la fréquence d'échantillonnage divisée par deux (Toye, 1996).

$$K(\omega) = 0.54 + 0.46 \cos \frac{\pi\omega}{f_m} \quad (18)$$

Grâce à ce filtrage, le bruit de fond est diminué et les artefacts liés à des variations abruptes de densité dans la section de l'objet étudié sont atténués.

### Références

Kak, A. C., et Slaney, M., *Principles of Computerized tomographic imaging*, IEEE Press Inc : New-York (1988).

Toye, D., Etude de l'écoulement ruisselant dans les lits fixes par tomographie à rayons X, Thèse de doctorat, Université de Liège (1996).



## Annexe IV : Algorithme servant au traitement des sections transversales

Cet algorithme est utilisé pour l'analyse des coupes transversales dans le but de déterminer le diamètre équivalent des sections et de caractériser de la texture de celles-ci. Ces opérations nécessitent la binarisation des images. Une analyse des niveaux de gris est ensuite effectuée de manière à évaluer les profils d'humidité.

La programmation a été effectuée dans l'environnement Matlab (version 6.1.0.450, release 12.1). Les lignes débutant par le sigle '%' indiquent des commentaires.

```
% Effacement des données précédentes
clear all
% Création et ouvertures des différents fichiers de stockage
fid = fopen('reswet.xls','a');
fida = fopen('resdenswet.xls','a');
fidb = fopen('resdensvwet.xls','a');
fidc = fopen('resintsolprowet.xls','a');
fidd=fopen('reswetcrevglobal.xls','a');
fide=fopen('reswetcrevarea.xls','a');
fidf=fopen('reswetcreveccen.xls','a');
% Impression d'une ligne de commentaire dans le premier fichier de stockage
fprintf(fid,'Aire (mm²) \t Facteur forme \t excentricité \t Diamètre équivalent (mm) \t
Aire crevasse (mm²) \t Facteur de forme \t Excentricité crevasses \t Intensité moyenne \t
Ecart-type \t ratio crevasse \t Intensité moyenne solide \n');

%Boucle permettant d'analyse l'ensemble des sections

for jj=107:10:347,

% Chargement du fichier '.dat' obtenu après reconstruction des données tomographiques

s=['C:\Angel\these\Retinne\tomo\13-02-01\wet\A_0' num2str(jj) '.dat'];
s1=load(s);
taille=size(s1);
m=sqrt(taille(1,1));
ss=reshape(s1,m,m);
% Passage du fichier '.dat' à un fichier image '.tif'
imwrite(ss,['C:\Angel\these\Retinne\tomo\13-02-01\A_0' num2str(jj) '.tif'], 'tif',
'compression','none');
delete(s); clear ss
file=strcat('A_0',num2str(jj),'.tif');
i=imread(file);
% Définition de la résolution
scale=41.0e-3;
```

```

% Détermination du seuil de binarisation par la méthode d'Otsu
level = graythresh(i);
% Binarisation
bin = im2bw(i,level);
% Erosion pour éliminer les artefacts issus du seuillage
er1=bwmorph(bin,'erode',1);
% Reconstruction
fin = imreconstruct(er1,bin);
% Obtention de l'image pleine

% Série de 10 fermetures
clo=bwmorph(fin,'dilate',10);
ero=bwmorph(clo,'erode',10);
% Remplissage de l'image
fill1= imfill(ero,'holes');
% Ouverture pour adoucir le contour
fill=bwmorph(fill1,'open',1);

% Obtention de l'image des crevasses

% Ou exclusif entre l'image finale et l'image après binarisation
crev1=xor(fin,fill);
% Labellisation de l'image pour déterminer les différents objets qui la composent
[crev2,NUM] = BWLABEL(crev1,8);
% Sélection des crevasses dont l'aire est supérieure à 10 pixels
STATS = REGIONPROPS(crev2,'Area');
idx=find([STATS.Area]>10);
crev3=ismember(crev2,idx);
% Labellisation de l'image finale utilisée pour caractériser les crevasses
[crev4,NUM] = BWLABEL(crev3,8);

% Mesure de l'aire et de l'excentricité de chaque crevasse

STATS = REGIONPROPS(crev4,'Area','Eccentricity');

All1=[[STATS.Area]];
All2=[[STATS.Eccentricity] ];

% Impression des résultats
fprintf(fid,'image %d\n',jj);
fprintf(fid,'\r');
fprintf(fid,'%f\t',All1) ;
fprintf(fid,'\r');
fprintf(fid,'%f\t',All2) ;
fprintf(fid,'\r');
fprintf(fide,'%f\t',All1) ;
fprintf(fide,'\r');

```

```

fprintf(fid,'%f\t',All2) ;
fprintf(fid,'\r');

% Effacement des données
clear All1;clear All2;clear All3;

% Mesures effectuées de manière globale sur l'image pleine et sur l'image des crevasses

% Mesure de l'aire de la section
surfp1=bwarea(fill);surfp=(scale^2)*surfp1;
% Mesure du périmètre de la section
perp1=bwperim(fill);perp=scale*bwarea(perp1);
% Calcul du facteur de forme de la section
shapp=(perp^2)/(4.*pi*surfp);
% Mesure de l'aire des crevasses
surfc1=bwarea(crev3);surfc=(scale^2)*surfc1;
% Mesure du périmètre des crevasses
perc1=bwperim(crev3);perc=scale*bwarea(perc1);
% Calcul du facteur de forme des crevasses
shapc=(perc^2)/(4.*pi*surfc);
% Calcul du diamètre équivalent de la section
dequi=sqrt(4*surfp/pi);
% Calcul du ration crevasse
ratiocrev=surfc/surfp;
eccplein=regionprops(fill,'Eccentricity');
% Calcul de l'excentricité de la section remplie
eccpl=[eccplein.Eccentricity];
% Calcul de l'excentricité des crevasses
ecccrev=regionprops(crev3,'eccentricity');
ecccr=[ecccrev.Eccentricity];
% Calcul du niveau de gris moyen de l'image et de son écart-type
grey=immultiply(i,fill);
moyenne=sum(sum(grey))/surfp1;
m=size(grey);
M=(moyenne*ones(m));
N=minus(double(grey),M);
variance=(sum(sum(N.*N))-sum(sum(1-double(fill))))*(moyenne)^2/(surfp1-1);
ecartype=sqrt(variance);
% Calcul de l'intensité ramenée à la fraction du matériau humide
intsol=moyenne/(1-ratiocrev);
% Impression des résultats dans le fichier de stockage
fprintf(fid,'%f\t %f\t %f\t %f\t %f\t %f\t %f\t %f\t %f\t %f\t
%f\n',surfp,shapp,eccpl,dequi,surfc,shapc,ecccr,moyenne,ecartype,ratiocrev,intsol) ;
clear i;clear bin;clear er1; clear clo;clear fill1;clear fin;clear crev1;

```

% Analyse en niveau de gris

% Calcul du nombre de pseudo anneaux successifs

```
no=not(fill);
distance=bwdist(no);
lim=max(max(distance))/sqrt(2);
```

% Construction du premier pseudo anneau

```
pas(1)=5*scale;
filla=fill;
fillb=bwmorph(filla,'erode',5);
aro=xor(filla,fillb);
```

% Mesure de l'aire de l'image originale masquée par le pseudo anneau occupée par des  
%crevasses

```
resa=and(aro,crev3);
res=bwarea(resa);
```

% Mesure de l'aire du pseudo anneau

```
norm=bwarea(aro);
```

% Calcul du ratio de crevasse dans le pseudo anneau de l'image originale

```
dens(1)=res/norm;
```

% Calcul du niveau de gris moyen de l'image originale masquée par le pseudo anneau

```
multi=immultiply(grey,aro);
volume=sum(sum(multi));
densv(1)=volume/norm;
```

% Calcul du niveau de gris rapporté à la fraction de matériau humide

```
intsolpro(1)=densv(1)/(1-dens(1));
```

% Construction des anneaux suivants et mesures des différentes grandeurs

```
k=2;
```

```
for m=5:5:lim
```

```
pas(k)=(m+5)*scale;
```

```
filla=bwmorph(fill,'erode',m);
```

```
fillb=bwmorph(filla,'erode',5);
```

```
aro=xor(filla,fillb);
```

```
resa=and(aro,crev3);
```

```
res=bwarea(resa);
```

```
norm=bwarea(aro);
```

```
dens(k)=res/norm;
```

```
multi=immultiply(grey,aro);
```

```
volume=sum(sum(multi));
```

```
densv(k)=volume/norm;
```

```
intsolpro(k)=densv(k)/(1-dens(k));
```

```
k=k+1;
end
fin=k-1;
```

```
% Stokage des données dans les fichiers
```

```
resdens=[dens];
resdensv=[densv];
resintsolpro=[intsolpro];
fprintf(fid, '%f\t', resdens) ;
fprintf(fid, '\r');
fprintf(fidb, '%f\t', resdensv) ;
fprintf(fidb, '\r');
fprintf(fidc, '%f\t', resintsolpro) ;
fprintf(fidc, '\r');
clear resdens;clear resdensv;clear resintsolpro;clear dens;clear densv;clear
intsolpro,clear pas
```

```
end
```

```
% Effacement des données
clear aro;clear crev;clear fill; clear filla,clear fillb;
clear resa;clear norm;clear multi;clear volume;
% Fermeture des fichiers de stockage
fclose(fid);
fclose(fida);
fclose(fidb);
fclose(fidc);
fclose(fidd);
fclose(fide);
fclose(fidf);
```

## Annexe V : Algorithme pour le calcul de la hauteur de l'échantillon

La programmation a été effectuée dans Matlab (version 6.1.0.450, release 12.1). Les lignes débutant par le sigle '%' indiquent des commentaires.

Cet algorithme est illustré pour le calcul de la hauteur sur une seule projection. En routine, les projections sous quatre angles sont analysées et le résultat moyen et l'écart type sont sauves dans le fichier de stockage.

```
% Effacement des données précédentes
clear all
% Création et ouverture du fichier de stockage des résultats
fid = fopen('hauteur.xls', 'a') ;
% Impression de la première ligne de commentaire
fprintf(fid, '\r wet \r') ;
% Chargement de la projection sous un angle de 0°C
s = ['e:\13-02-04\wet\00.jpg'];
i = imread(s);
% Définition de la résolution (taille du pixel)
scale = 41.0e-3;
% Binarisation de l'image entre deux niveaux déterminés
bin = roicolor(i, 30, 170);
% Série d'érosions
ero = bwmorph(bin, 'erode', 6);
% Série de dilatations
dil = bwmorph(ero, 'dilate', 6);
% Labellisation de l'image
[lab, NUM] = BWLABEL(dil, 8);
% Calcul de la bounding box
res = REGIONPROPS(lab, 'BoundingBox');
% Détermination de la hauteur de la bounding box
fin = res.BoundingBox(1, 4);
fin = fin * scale
% Impression du résultat dans le fichier
fprintf(fid, '%f\n', fin) ;
% Fermeture du fichier de stockage
fclose(fid);
```

## Annexe VI : Équations pour le calcul des grandeurs intervenant dans les nombres adimensionnels

Cette annexe reprend les différentes équations nécessaires au calcul des nombres de Reynolds, Prandtl, Schmidt, Nusselt et Sherwood.

### Conductivité thermique de l'air $\lambda$ (W/m°C) - (Nadeau et Puiggali, 1995)

$$A = 8.027769 \cdot 10^{-8}x^4 - 1.8619279 \cdot 10^{-7}x^3 + 1.5128385 \cdot 10^{-7}x^2 - 5.2651721 \cdot 10^{-8}x + 3.5596815 \cdot 10^{-9};$$

$$B = -4.3387318 \cdot 10^{-5}x^4 + 1.0078804 \cdot 10^{-4}x^3 - 8.1845585 \cdot 10^{-5}x^2 + 2.7477907 \cdot 10^{-5}x - 1.4563789 \cdot 10^{-6};$$

$$C = 8.1396944 \cdot 10^{-3}x^4 - 1.4189051 \cdot 10^{-2}x^3 + 1.2433925 \cdot 10^{-2}x^2 - 3.4134568 \cdot 10^{-3}x - 6.77457 \cdot 10^{-4};$$

$$D = -2.3355372 \cdot 10^{-2}x^4 - 0.23109092x^3 + 0.11216864x^2 + 2.3143653 \cdot 10^{-2}x + 1.9017419;$$

$$E = -90.995865x^4 + 296.75143x^3 - 497.31824x^2 + 93.451324x + 572.28264;$$

$$\lambda = (AT^4 + BT^3 + CT^2 + DT + E) \cdot 4.182 \cdot 10^{-5}$$

avec x la fraction molaire de vapeur [-] et T la température de l'air en °C.

### Viscosité de l'air $\mu$ (Pa.s) - (Nadeau et Puiggali, 1995)

$$A = 3.9543448 \cdot 10^{-8}x^4 + 6.4272008 \cdot 10^{-8}x^3 - 1.5426258 \cdot 10^{-8}x^2 - 9.6937347 \cdot 10^{-9}x + 5.4182597 \cdot 10^{-10};$$

$$B = 1.0590597 \cdot 10^{-5}x^4 - 1.5096114 \cdot 10^{-5}x^3 - 3.7079313 \cdot 10^{-6}x^2 + 3.6750292 \cdot 10^{-6}x - 4.0088101 \cdot 10^{-6};$$

$$C = -2.7684891 \cdot 10^{-3}x^4 + 4.36749111 \cdot 10^{-3}x^3 + 1.2388106 \cdot 10^{-3}x^2 + 1.5312679 \cdot 10^{-3}x - 4.3016441 \cdot 10^{-3};$$

$$D = 0.57387209x^4 - 1.708572x^3 + 1.0763351x^2 - 1.3033422x + 4.9683638;$$

$$E = -46.32412x^4 + 310.72525x^3 - 1036.1348x^2 - 60.243416x + 1716.8794;$$

$$\mu = (AT^4 + BT^3 + CT^2 + DT + E) \cdot 1 \cdot 10^{-8}$$

avec x la fraction molaire de vapeur [-] et T la température de l'air en °C.

### Chaleur spécifique $c_{p,a}$ (J/kg°C) - (Mujumdar, 1995)

$$c_{p,a} = 1000(0.9774 + 0.1124 \cdot 10^{-3}(T + 273.15) + 0.19035 \cdot 10^{-7}(T + 273.15)^2 + Y(1.8830 - 1.6737 \cdot 10^{-4}(T + 273.15) + 8.4386 \cdot 10^{-7}(T + 273.15)^2 - 2.6966 \cdot 10^{-10}(T + 273.15)^3))$$

avec T la température de l'air en °C et Y l'humidité absolue de l'air en kg/kg.

### Masse volumique de l'air (kg/m³)

cf. Annexe I.

**Diffusivité vapeur d'eau dans l'air  $D_{AB}$  (m<sup>2</sup>/s)**

La diffusivité de la vapeur d'eau dans l'air  $D_{AB}$  nécessaire au calcul des nombres de Sherwood et de Schmidt a été estimée par l'équation suivante :

$$D_{AB} = D_0 \left( \frac{T + 273.15}{T_0} \right)^{1.75}$$

avec T la température de l'air en °C,  $D_0 = 22 \cdot 10^{-6}$  m<sup>2</sup>/s et  $T_0 = 0^\circ\text{C}$ .

L'équation s'inspire de la dépendance classique de la diffusivité vis-à-vis de la température (Geankoplis, 1993).

**Références**

Geankoplis, C. J., *Transport processes and unit operations*, Prentice-Hall : Englewood Cliffs, New Jersey (1993).

Mujumdar, A. S., *Handbook of industrial drying*, Mujumdar, A. S., éd ; Marcel Dekker : New York (1995).

Nadeau, J.-P., et Puiggali, J. R., *Séchage. Des processus physiques aux procédés industriels*, Technique et Documentation - Lavoisier : Paris (1995).



*« Quand on se retourne pour voir le chemin parcouru, on rit à la pensée des cailloux dont on s'était fait des montagnes. »*

*Anonyme*