



**HAL**  
open science

# Caractérisation hydrodynamique des réacteurs anaérobies produisant du biogaz et fonctionnant en batch et en continu

Jian Kai Jiang

► **To cite this version:**

Jian Kai Jiang. Caractérisation hydrodynamique des réacteurs anaérobies produisant du biogaz et fonctionnant en batch et en continu. Alimentation et Nutrition. Université de Lorraine, 2014. Français. NNT: 2014LORR0142 . tel-01751145

**HAL Id: tel-01751145**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01751145>**

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

École Nationale Supérieure des Industries Chimiques

Laboratoire Réactions et Génie des Procédés

École doctorale RP2E

## THÈSE

Présentée pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université de Lorraine

*Spécialité : Génie des procédés et des produits*

Par

Jian Kai JIANG

# **Caractérisation hydrodynamique des réacteurs anaérobies produisant du biogaz et fonctionnant en batch et en continu**

Soutenue publiquement le 13 Novembre 2014

Membres du jury

### **Président**

M. Jean-Claude CHARPENTIER, Directeur de Recherche Émérite, (LRGP-ENSIC, Nancy)

### **Rapporteurs**

Mme. Dominique PAREAU, Professeur (École Centrale Paris, Châtenay-Malabry)

M. Christophe DAGOT, Professeur (Université de Limoges, Limoges)

### **Examineurs**

Mme. Emilie DIEUDE-FAUVEL, Ingénieur de Recherche (Irstea, Clermont-Ferrand)

M. Zacaria REDDAD, Ingénieur de Recherche (Centre de Recherche GDF-SUEZ, Saint-Denis)

Mme. Souhila PONCIN, Mdc (Co-directrice de thèse, LRGP-ENSIC, Nancy)

M. Huai Zhi LI, Professeur (Directeur de thèse, LRGP-ENSIC, Nancy)



# Remerciements

Le présent travail a été réalisé au Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (LRGP) de l'Université de Lorraine, au sein de l'équipe Systèmes Polyphasiques Réacteurs Electrochimiques (SysPol). Je tiens tout à bord à remercier M. Gabriel Wild, ancien directeur du LRGP, pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire.

Je tiens ensuite à remercier profondément mon directeur de thèse, le professeur Huai Zhi Li pour sa confiance, pour le soutien inconditionnel qu'il m'a apporté dans tous les domaines, pour ses conseils qui m'ont permis d'approfondir mon travail et pour les nombreuses discussions profitables que nous avons pu avoir. Je remercie également mon co-directeur de thèse, Mme Souhila Poncin, non seulement pour l'aide précieuse qu'elle m'a apportée tout au long de ma thèse, en particulier pour sa correction rigoureuse du manuscrit, mais aussi pour sa gentillesse et sa patience.

J'exprime également toute ma reconnaissance à ceux qui ont contribué à ce travail. Parmi eux, je citerai, en premier lieu, Mme Jing Wu, chargée de recherche à l'Université Tsinghua, non seulement pour m'avoir recommandé de faire ma thèse en France, mais aussi pour ses conseils profitables dans le domaine biochimique. Je citerai également Gérard Scacchi, mon professeur de Français, qui m'a permis d'améliorer considérablement mon niveau de langue. Merci aussi à Philippe Marchal et Véronique Falk pour leur aide à la manipulation des rhéomètre et pénétromètre. Enfin, je tiens à remercier le personnel de l'atelier du LRGP qui a réalisé les différents montages expérimentaux ainsi que les membres du service électronique pour la maintenance des appareils.

Je souhaite également à remercier les deux organismes qui ont soutenu financièrement ce projet, China Scholarship Council (CSC) et l'Agence Nationale de Recherche (ANR).

J'aimerais également exprimer toute ma gratitude à Mme Dominique Pareau, professeur à l'École Centrale de Paris, et à M. Christophe Dagot, professeur à l'Université de Limoges, pour avoir accepté de rapporter sur mon travail.

Mes remerciements vont aussi à Mme. Emilie Dieude-Fauvel, ingénieur de recherche à l'Irstea de Clermont-Ferrand, M. Zacaria Reddad, ingénieur de recherche au centre R&D GDF-SUEZ de

Saint-Denis, et M. Jean-Claude Charpentier, directeur de recherche émérite au LRGP, qui ont accepté de juger ce travail.

Un grand merci à mes collègues du laboratoire, pour leur disponibilité et leur soutien dans les moments difficiles, Denis, Jinbai, Odile, Botao, Sadjia, Lokmane, Yining, Rainier, Nicolas, Billy.

Enfin, je remercie ma famille. Les mots ne seront jamais assez forts pour exprimer toute la reconnaissance que je lui porte. Merci à mes parents, pour leur soutien sans faille et pour toutes ces heures passées au téléphone le weekend. Merci à mon épouse, pour son soutien et sa compréhension, et pour sa présence à mes côtés durant la dernière année.

# Table des matières

Nomenclature .....	v
Introduction générale .....	1
Chapitre 1. État de l'art.....	5
1.1 Digestion anaérobie.....	5
1.1.1 Principe de la digestion anaérobie .....	5
1.1.2 Réacteurs anaérobies à flux ascendant.....	6
1.1.3 Composition et valorisation du biogaz .....	11
1.2 Caractéristique des boues granulaires anaérobies.....	13
1.2.1 Composition .....	14
1.2.2 Morphologie .....	14
1.2.3 Couleur.....	14
1.2.4 Taille et densité.....	15
1.2.5 Propriété de surface .....	15
1.2.6 Structure interne des granules .....	16
1.2.7 Pores, canaux et cavités .....	16
1.2.8 Porosité.....	17
1.2.9 Résistance mécanique .....	17
1.2.10 Vitesse de décantation.....	18
1.2.11 Polymère extracellulaire.....	18
1.2.12 Transfert de matière dans les granules.....	19
1.3 Influence du cisaillement.....	19
1.3.1 Effet sur la formation des granules.....	20
1.3.2 Effet sur la structure des granules.....	20
1.3.3 Effet sur le transfert de matière .....	20
1.3.4 Effet sur le métabolisme des espèces microbiennes .....	21
1.3.5 Cas du réacteur séquentiel discontinu.....	21
1.3.6 Cas de réacteurs à écoulement ascendant .....	21
1.4 Agitation .....	22
1.4.1 Notion d'agitation.....	22
1.4.2 Méthode de Metzner-Otto.....	23

1.4.3 Analyse théorique de la méthode Metzner-Otto.....	24
1.4.4 Constante de Metzner-Otto .....	26
1.4.5 Nombre de Reynolds critique.....	27
1.4.6 Choix du mobile d'agitation.....	27
1.4.7 Configuration de l'écoulement du ruban hélicoïdal .....	28
1.4.8 Effet de la géométrie.....	28
1.5 Rhéologie de boues .....	29
1.5.1 Définition des grandeurs rhéologiques .....	29
1.5.2 Signification de la rhéologie de boue .....	33
1.5.3 Etude de boues activées .....	34
1.5.4 Etude de boues granulaires.....	35
1.5.5 Etude de boues digérées.....	35
1.5.6 Facteurs d'influence.....	36
1.6 Digestion anaérobie des boues d'épuration .....	38
1.7 Etude de l'impact d'une particule .....	40
1.7.1 Cas d'une sphère solide .....	40
1.7.2 Cas d'une goutte de liquide.....	41
1.7.3 Autres projectiles.....	42
<b>Chapitre 2. Matériels et méthodes .....</b>	<b>43</b>
2.1 Montages expérimentaux.....	43
2.1.1 Réacteur 3D.....	43
2.1.2 Réacteur 2D.....	44
2.1.3 Cuve agitée.....	45
2.1.4 Vase de Mariotte.....	46
2.2 Techniques de mesure .....	47
2.2.1 Mesure du champ de vitesse.....	47
2.2.2 Caméra rapide.....	49
2.2.3 Analyse d'image.....	49
2.2.4 Rhéomètre .....	49
2.2.5 Mesure de la tension superficielle .....	50
2.2.6 Masse volumique des boues granulaires .....	50
2.2.7 Pénétrromètre.....	50
2.2.8 Autres appareils de mesure .....	51



2.3 Informations supplémentaires .....	51
2.3.1 Propriétés des fluides .....	51
2.3.2 Origine des boues .....	52
2.3.3 Essai du tapioca .....	53
<b>Chapitre 3. Hydrodynamique dans le réacteur IC.....</b>	<b>55</b>
3.1 Etude du réacteur 3D.....	55
3.1.1 Vitesse de circulation du liquide .....	56
3.1.2 Champ de vitesse et de cisaillement dans la descente .....	58
3.1.3 Champ de vitesse au premier étage .....	61
3.2 Etude du réacteur 2D.....	63
3.2.1 Effet de la taille des bulles .....	63
3.2.2 Champ de cisaillement .....	65
3.2.3 Interaction entre les granules et les bulles .....	65
3.3 Rhéologie de boues granulaires .....	69
3.4 Conclusion .....	71
<b>Chapitre 4. Effet du cisaillement et caractéristiques des granules de boue .....</b>	<b>73</b>
4.1 Etude expérimentale dans la cuve agitée.....	73
4.1.1 Constante de Metzner-Otto .....	74
4.1.2 Fonctionnement en batch .....	76
4.1.3 Fonctionnement en continu .....	78
4.1.4 Déformation des granules .....	80
4.2 Formation du cratère dans un granule .....	82
4.2.1 Tension superficielle.....	82
4.2.2 Résistance mécanique .....	83
4.2.3 Formation du cratère.....	84
4.2.4 Conclusion.....	89
<b>Chapitre 5. Propriété de boues digérées .....</b>	<b>91</b>
5.1 Rhéologie de boues digérées .....	91
5.1.1 Mesure dynamique.....	91
5.1.2 Mesure d'écoulement.....	95
5.2. Impact d'une bille sur boues digérées .....	97
5.2.1 Procédure expérimentale.....	98
5.2.2 Stabilité de boues digérées .....	99

5.2.3 Module de Young .....	99
5.2.4 Processus d'impact et dimension du cratère .....	100
5.2.5 Bilan des forces .....	103
5.2.6 Conclusion.....	107
Conclusion générale .....	109
Perspectives .....	113
Reference bibliographique .....	117
Annexes .....	135

# Nomenclature

## Symboles latins

$a$	accélération instantanée	$\text{m/s}^2$
$A$	coefficient dépendant de coefficient de poisson	
$A$	constant d'Arrhenius	
$c_s$	vitesse du son	$\text{m/s}$
$c_R$	vitesse de l'onde de Rayleigh	$\text{m/s}$
$C$	couple	$\text{N}\cdot\text{m}$
$d$	diamètre de bille	$\text{m}$
$d$	diamètre intérieur de la descente	$\text{m}$
$D$	diamètre du mobile	$\text{m}$
$E$	module de Young	$\text{Pa}$
$E_a$	énergie d'activation	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
$E_c$	énergie de cohésion	$\text{J}\cdot\text{m}^{-3}$
$E_d$	module élastique d'impact	$\text{Pa}$
$f$	fréquence	$\text{s}^{-1}$
$F$	force résultante	$\text{N}$
$F_E$	résistance élastique	$\text{N}$

$F_\eta$	trainée visqueuse	N
$g$	accélération gravitationnelle	m/s <sup>2</sup>
$G'$	module de stockage	Pa
$G''$	module de perte	Pa
$G_c$	module critique	Pa
$G^*$	module complexe	Pa
$h$	hauteur de chute libre	m
$k$	coefficient de consistance	Pa·s <sup>n</sup>
$K_s$	constant de Metzner-Otto	
$L$	hauteur du cylindre intérieur	m
$L$	hauteur de boues digérées	m
$m$	masse de bille	kg
$n$	indice d'écoulement	
$N$	vitesse de rotation	tr/s
$p$	pression	Pa
$P$	puissance d'agitation	W
$P_i$	pression du choc	Pa
$R$	rayon	m

$S$	surface de section	$m^2$
$t$	temps	s
$T$	température	K
$v$	vitesse instantanée	m/s
$v_0$	vitesse d'impact	m/s
$\bar{v}$	vitesse moyenne du liquide	m/s
$v_g$	vitesse superficielle du gaz	m/s
$z$	profondeur de pénétration	m

### **Symboles grecs**

$\gamma$	déformation	
$\gamma_0$	amplitude de déformation	
$\gamma_c$	déformation critique	
$\dot{\gamma}$	vitesse de cisaillement	$s^{-1}$
$\dot{\gamma}_{r\theta}$	composant du tenseur cisaillement	$s^{-1}$
$\delta$	angle de phase	
$\eta$	viscosité apparente	Pa·s
$\eta^*$	viscosité complexe	Pa·s

$\lambda$	temps caractéristique au modèle de Carreau	s
$\mu$	viscosité dynamique	Pa·s
$\zeta$	facteur de la forme	
$\rho$	masse volumique du liquide	kg/m <sup>3</sup>
$\rho_b$	masse volumique de bille	kg/m <sup>3</sup>
$\rho_s$	masse volumique de boues digérées	kg/m <sup>3</sup>
$\sigma$	tension superficielle	N/m
$\tau$	contrainte de cisaillement	Pa
$\tau_0$	amplitude de contrainte	Pa
$\tau_c$	seuil de contrainte	Pa
$\tau_{c\ dyn}$	seuil de contrainte dynamique	Pa
$\Phi$	fraction volumique des particules	
$\varphi$	concentration en solide	
$\omega$	fréquence angulaire	rad/s

## Grandeur adimensionnelles

Nombre de puissance

$$N_p = \frac{P}{\rho N^3 D^5}$$

Nombre de Reynolds dans une cuve agitée

$$Re = \frac{\rho ND^2}{\mu}$$

Nombre de Reynolds dans un tube

$$Re = \frac{\rho vd}{\mu}$$

## **Abréviation**

AGV Acides Gras Volatils

CMC Carboxyméthyl cellulose

DCO Demande Chimique en Oxygène

EGSB Lit de boue granulaire en expansion (Expanded Granular Sludge Bed)

fps images par seconde (frame per second)

IC Réacteur à circulation interne (Internal Circulation reactor)

MEB Microscopie Electronique à Balayage

MES Matière En Suspension

PEC Polymères Extra Cellulaires

PIV Vélocimétrie par images de particules (Particle Image Velocimetry)

SBR Réacteur séquentiel discontinu (Sequencing batch reactor)

UASB Lit de boue anaérobie à flux ascendant (Upflow Anaerobic Sludge Blanket)





# Introduction générale

## 1. Contexte

Le développement rapide de l'économie s'appuie essentiellement sur la consommation d'énergie, spécialement celle des combustibles fossiles comme la houille, le pétrole et le gaz naturel. Cependant, les réserves de combustibles fossiles sont limitées en tant qu'énergie non-renouvelable, elles seront épuisées dans un avenir proche et par conséquent la pénurie d'énergie semble être un des défis mondiaux. Par ailleurs, la consommation considérable des combustibles fossiles est responsable de l'élévation de la concentration de dioxyde de carbone dans l'atmosphère qui est l'un des gaz à effet de serre entraînant le réchauffement climatique et d'autres pollutions environnementales, telles que la pluie acide et le smog. Il est donc nécessaire de diminuer la dépendance aux combustibles fossiles, d'explorer et de développer les énergies renouvelables ainsi que les nouvelles énergies.

Il y a différentes formes d'énergies renouvelables, comme par exemple, l'énergie hydraulique, l'énergie éolienne, l'énergie des vagues et des courants sous-marins, l'énergie thermique des mers, l'énergie solaire et le biogaz. Parmi elles, le biogaz issu de la digestion anaérobie de matières organiques biodégradables est composé principalement de méthane et de dioxyde de carbone. La digestion anaérobie est une technique conventionnelle qui s'avère être un outil efficace de réduction et de stabilisation des pollutions organiques et de production d'énergie. Elle est déjà largement appliquée aux traitements des eaux usées et des déchets organiques. Les sources les plus courantes des matières organiques pour la digestion anaérobie sont les déchets putrescibles dans les ordures ménagères, les boues de stations d'épuration et les lisiers ou les algues vertes au bord de la mer. Des biomasses telles que le maïs, le tournesol, la betterave, l'herbe sont spécialement cultivées pour la production de biogaz en Europe (Amon et al., 2007).

Dans le domaine du traitement des eaux usées, la digestion anaérobie convient plutôt pour le traitement des eaux usées industrielles ou agro-alimentaires riches en matière organique. Elle présente de nombreux avantages par rapport aux procédés de traitement aérobie : faible production de boues, consommation d'énergie plus faible pour le fonctionnement, production de biogaz valorisable etc... En fait, le développement de la plupart des bioréacteurs anaérobies est basé sur celui des procédés granulaires dans lesquels les microorganismes sont structurés

en granules denses de diamètre généralement compris entre 0,5 et 3 mm. Cette granulation confère aux boues une vitesse de décantation performante, une rétention importante de la biomasse permettant ainsi d'améliorer l'efficacité de traitement. En conséquence, de nombreux travaux rapportés dans la littérature ont été consacrés au processus de granulation et aux caractéristiques des granules matures, telles que la structure, la taille, la rhéologie etc. Dans les autres études, l'accent est surtout mis sur les impacts d'influence tels que les charges organique et hydraulique, la température, le pH, le type de substrat, dans le but d'améliorer le fonctionnement des bioréacteurs. Jusqu'à présent, l'effet des conditions hydrodynamiques sur l'efficacité du traitement, et notamment sur la production de biogaz, est largement méconnu, bien que le rôle essentiel du cisaillement hydrodynamique sur les agrégats microbiens soit admis (Liu & Tay, 2002).

Une quantité énorme de boues générées dans la station d'épuration nécessite également des traitements afin de réduire leur volume et de les stabiliser. La technique de la digestion anaérobie traditionnelle alimentée par des boues liquides dont la concentration en solide de 3~5% a été largement développée. En comparaison, la digestion anaérobie de boues de concentration élevée présente plusieurs avantages dont un espace d'installation limité, un coût moindre pour le chauffage et le transport et plus de biogaz produit. Cependant une concentration importante engendre une augmentation significative de la viscosité entraînant ainsi la difficulté de l'agitation et du mélange au sein du réacteur.

De ce fait, les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont pour but d'initier une approche novatrice pour la compréhension du fonctionnement de la digestion anaérobie et de la production de biogaz à travers une étude hydrodynamique dans un réacteur anaérobie à flux ascendant et dans une cuve agitée, une étude de la structure de boues granulaires utilisées dans le traitement des eaux usées et une étude rhéologique des boues digérées hautement concentrées.

## **2. Contenu du travail de thèse**

Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique relative à la digestion anaérobie qui comprend le principe de la méthanisation, le fonctionnement général des réacteurs anaérobies à flux ascendant et l'effet hydrodynamique, les caractéristiques des boues granulaires ainsi que la valorisation du biogaz. Il présente également les notions fondamentales de rhéologie, les facteurs d'influence sur la rhéologie des diverses boues (boues activées, boues granulaires, boues digérées) ainsi que des notions sur l'agitation

effectuée par un ruban hélicoïdal. Il introduit de façon succincte, la digestion anaérobie des boues d'épuration hautement concentrées et la dynamique transitoire lors du processus d'impact par une bille sur les boues digérées.

Les montages expérimentaux et les techniques de mesures sont décrits en détail dans le second chapitre. Les réacteurs utilisés à l'échelle du laboratoire, l'ensemble des moyens mis en œuvre afin de caractériser le fonctionnement des réacteurs, ainsi que les techniques auxiliaires et les propriétés des liquides et des boues utilisés sont présentés dans cette partie de la thèse.

Les trois chapitres suivants sont consacrés aux résultats originaux obtenus et s'organisent en quatre parties.

La première partie est dédiée à la synthèse des résultats expérimentaux sur l'hydrodynamique du réacteur anaérobie à flux ascendant, respectivement réalisés dans un réacteur 3D et 2D transparent en maquette froide. Concrètement, l'accent est mis sur l'importance relative des trois phases sur la vitesse de circulation et la vitesse de cisaillement, ainsi que sur la collision entre des granules et sur la coalescence des bulles de biogaz.

La seconde partie est consacrée aux résultats obtenus dans la cuve agitée équipée d'un ruban hélicoïdal. Ces expériences ont pour but de caractériser l'effet d'une vitesse de cisaillement moyennée dans l'espace sur le processus de méthanisation et sur la morphologie des granules de boue.

La troisième partie porte sur l'étude de la forme du cratère à l'extrémité du pore sur un granule pour la sortie de biogaz.

La dernière partie est consacrée à la rhéologie de la suspension de boues granulaires et de boues digérées hautement concentrées en utilisant un rhéomètre classique, et à la dynamique transitoire de ce dernier par la méthode d'impact.

Le dernier chapitre fait une synthèse des conclusions issues des cinq premiers chapitres et présente quelques perspectives, dans l'objectif d'améliorer l'efficacité de la digestion anaérobie pour le traitement des eaux usées et la production de biogaz à la fois.



# Chapitre 1. État de l'art

Ce chapitre débute par une courte présentation de la méthanisation et des aspects connexes tels que les réacteurs anaérobies à flux ascendant, la composition et la valorisation du biogaz, et les caractéristiques physicochimiques des boues granulaires anaérobies. Nous évoquerons ensuite la technique d'agitation par ruban hélicoïdal ainsi que la rhéologie des boues. Enfin, la digestion anaérobie de boues d'épuration et l'intérêt des études de l'impact d'une particule seront simplement présentées.

## 1.1 Digestion anaérobie

### 1.1.1 Principe de la digestion anaérobie

La digestion anaérobie est un processus naturel biologique qui permet de transformer la matière organique dégradable en méthane en milieu privé d'oxygène. Elle comprend plusieurs étapes biochimiques, dont l'hydrolyse, l'acidogénèse, l'acétogénèse et la méthanogénèse, correspondant à l'action de différents groupes bactériens. En réalité, les micro-organismes sont étroitement interdépendants les uns des autres et agissent consécutivement selon leurs besoins trophiques. Un large consensus se dégage pour un processus de méthanisation en trois étapes majeures où les étapes d'hydrolyse et d'acidogénèse peuvent être regroupées du fait que les deux groupes de bactéries ne soient pas bien distincts (Figure 1.1).

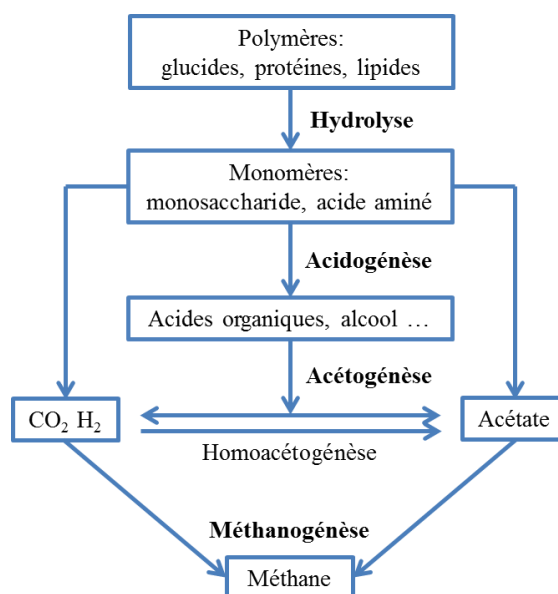


Figure 1.1 Schéma de la chaîne trophique de la méthanisation et ses différentes étapes.

### **1.1.1.1 Hydrolyse et acidogénèse**

Généralement, les substrats organiques complexes (polymères) sont hydrolysés en monomères sous l'action des enzymes extracellulaires et de l'eau. Cette transformation est très importante pour rendre le substrat assimilable durant les étapes suivantes. Lorsque la matière est non soluble dans l'eau, l'hydrolyse constitue alors l'étape limitante dans le processus global de méthanisation par rapport aux autres étapes.

Au cours de l'acidogénèse, les monomères sont métabolisés en acides gras organiques, en alcool, en hydrogène et en dioxyde de carbone. Lorsque la quantité de matière organique introduite dépasse la capacité de traitement, une accumulation de métabolite intermédiaire, en particulier les acides gras volatils (AGV) apparaissent du fait que la vitesse d'acidogénèse soit plus rapide en comparaison avec d'autres étapes. Les AGV ont un effet d'inhibition sur les micro-organismes acétogènes et méthanogènes.

### **1.1.1.2 Acétogénèse**

Les produits de l'acidogénèse sont transformés en acétate durant ce processus. De plus, la découverte de la conversion mutuelle entre acétate et hydrogène permet d'appuyer la théorie des 4 étapes. Les vitesses d'acétogénèse sont relativement lentes et dépendent de la concentration en  $H_2$  qui modifie l'équilibre thermodynamique de la cinétique globale.

### **1.1.1.3 Méthanogénèse**

La méthanogénèse qui est la dernière étape de la méthanisation, permet de transformer soit l'hydrogène et le dioxyde de carbone en méthane (hydrogénophiles), soit l'acétate en méthane (acétoclaste). On considère que 70% du méthane produit provient de la voie acétoclaste. Les bactéries impliquées dans cette étape sont strictement anaérobies et classées parmi les archéobactéries.

## **1.1.2 Réacteurs anaérobies à flux ascendant**

En dépit de la longue histoire de la digestion anaérobie, il n'y a qu'une quarantaine d'années que les réacteurs anaérobies efficaces sont utilisés en traitement des eaux usées à grande échelle. Ces sont principalement des réacteurs anaérobies à flux ascendant tels que le réacteur à boues immobilisées, le réacteur UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket), le réacteur à lit fluidisé, le réacteur IC (Internal Circulation), le réacteur EGSB (Expanded Granular Sludge Bed), le réacteur anaérobie à chicane.

### 1.1.2.1 Réacteurs à boues granulaires

L'intérêt majeur des réacteurs à boues granulaires tient dans leur capacité à mettre en œuvre et à entretenir de très fortes concentrations de la biomasse épuratrice dans des structures granulaires. Les granules se forment naturellement sans support, en tant que de véritables microréacteurs dans lesquels la totalité des réactions de méthanisation peut être effectuée. La quantité de boues granulaires augmente avec le temps du fait de la présence de particules solides en suspension entrantes et de la croissance des bactéries. Mais les quantités de boues granulaires produites sont faibles du fait que la plupart des substances organiques soient transformées en biogaz. Du fait de leur efficacité, les réacteurs à boues granulaires sont largement utilisés dans le monde. Le nombre de réacteurs UASB en fonctionnement dépasse globalement 1000 unités à ce jour et le nombre total de réacteurs IC et de réacteurs EGSB est supérieur à 300 et croît rapidement au cours des 20 dernières années (Kassam et al., 2003; Musee & Lorenzen, 2013). Leurs paramètres opératoires principaux sont montés ci-dessous (Tableau 1.1).

Tableau 1.1 Paramètres opératoires principaux pour différents réacteurs à boues granulaires

Type de réacteur	Charge volumique gDCO/(m <sup>3</sup> ·j)	Vitesse d'écoulement ascendant m/h
UASB	5-15	<2
EGSB	15-20	4-12
IC	20-30	10-20 (1 <sup>er</sup> étage) ; 2-10 (2 <sup>er</sup> étage)

#### 1.1.2.1a Réacteurs UASB

Cette technologie est apparue à l'échelle industrielle à la fin des années 1970 aux Pays-Bas. Jusqu'à présent, il s'agit du réacteur le plus répandu dans le domaine du traitement des eaux usées industrielles. L'effluent est réparti de façon homogène au fond du réacteur par les tuyaux de distribution et traverse un lit de boues granulaires (Figure 1.2). Le lit est mis en suspension du fait de passage des eaux usées et de la production de biogaz. Les matières organiques sont dégradées progressivement durant leur séjour au sein du réacteur. Dans la partie supérieure du réacteur, un séparateur permet de recueillir le biogaz et de limiter l'entraînement des granules.

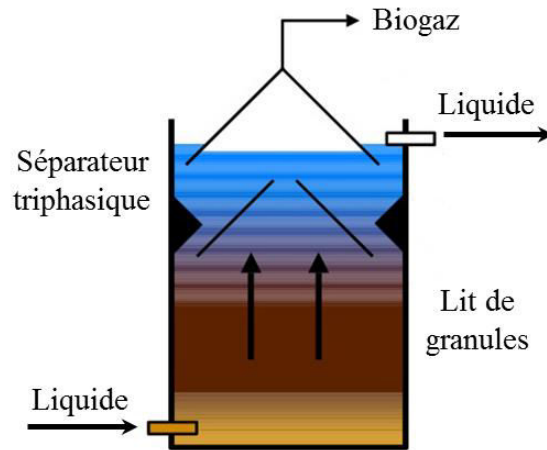


Figure 1.2. Schéma d'un réacteur UASB.

### 1.1.2.1b Réacteurs EGSB

Développés en tant que variantes des réacteurs UASB, les réacteurs EGSB se comportent comme un réacteur parfaitement agité dans lesquels le flux ascendant est nettement supérieur, le temps de rétention hydraulique est extrêmement court et la charge volumique y est très élevée. Pour obtenir une grande vitesse ascendante, la conception d'un rapport hauteur/diamètre important et une circulation externe du liquide à l'aide d'une pompe sont adoptées. Ces fortes vitesses entraînent l'expansion du lit de boue granulaire et permettent d'éviter des volumes morts et d'améliorer le contact entre des boues granulaires et des eaux usées. Malgré cela, la bonne capacité de sédimentation des boues granulaires permet leur maintien et leur croissance dans le réacteur (McHugh et al., 2003). En effet, la production de biogaz y est plus importante, ce qui améliore aussi l'hydrodynamique au sein du réacteur. Le biogaz produit est séparé et collecté par un seul séparateur triphasique positionné en tête du réacteur. Grâce à l'effet de la dilution provoqué par la circulation de l'effluent, les réacteurs EGSB sont mieux adaptés aux effluents contenant des composés toxiques et récalcitrants (Seghezzi et al., 1998).

Dans la technique du réacteur EGSB de Véolia, une cuve de conditionnement est utilisée pour le prétraitement des eaux usées qui est souvent adopté dans un réacteur anaérobie à deux phases (Figure 1.3). Les nutriments y sont injectés, ainsi qu'une solution alcaline pour une bonne régulation du pH. Le processus d'acidification est accompli dans cette cuve avant que les eaux soient pompées vers le réacteur.



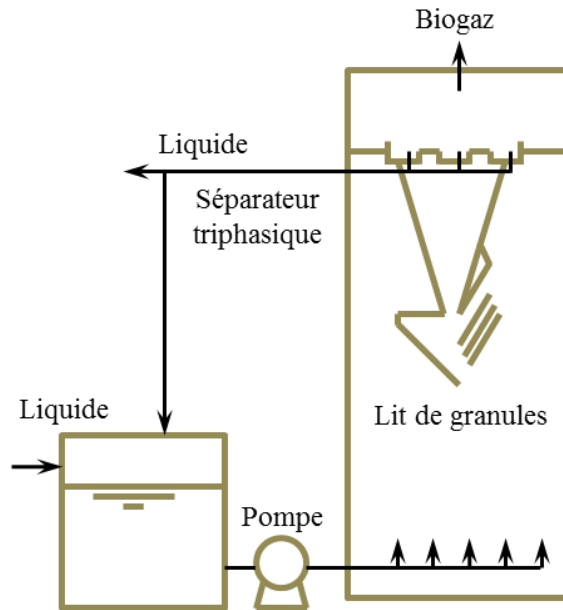


Figure 1.3. Schéma d'un réacteur EGSB (Véolia).

#### 1.1.2.1c Réacteurs à circulation interne

Le réacteur à circulation interne est constitué de deux étages et développé également sur la base du réacteur UASB. Le premier étage permet de travailler à charge élevée, tandis que le second fonctionne à faible charge. Le biogaz collecté est acheminé par une colonne montante (appelée « montée ») dans laquelle la proportion de gaz est élevée, la densité du mélange y étant par conséquent plus faible. Ceci crée un pompage de mélange boueux dans le compartiment inférieur. Après la séparation du liquide et du biogaz dans la cuve de dégazage au sommet du réacteur, le biogaz est collecté afin de servir à d'autres usages et le liquide s'écoule vers la base du réacteur via la colonne descendante (appelée « descente »). Cette circulation interne de liquide est à l'origine du nom donné au réacteur. Son débit est directement proportionnel au débit de biogaz produit.

Le réacteur IC peut être considéré comme un système comprenant trois compartiments différents (Figure 1.4). Dans le compartiment de mélange, les eaux à traiter arrivant à la base du réacteur sont mélangées avec les boues granulaires et les eaux déjà largement épurées provenant de la circulation. Ceci conduit d'une part à un effet de dilution qui permet de stabiliser l'épuration en évitant les grandes variations de concentration en DCO (Demande chimique en oxygène), et d'autre part à un conditionnement complémentaire (ajustement du pH par le retour de bicarbonate contenu dans le mélange circulé) permettant de réduire l'ajout de base. Dans le compartiment de lit expansé où la concentration des boues granulaires est importante, l'expansion et la fluidisation du lit de boue granulaire sont créées par un flux

ascendant important généré par les eaux à traiter, la circulation interne ainsi que la production de biogaz. En conséquence, le contact entre les eaux à traiter et les boues granulaires est optimal et aboutit à d'importants taux de conversion de la DCO permettant l'utilisation de fortes charges. Le biogaz produit dans le premier étage et les boues granulaires entrainées par le flux ascendant sont séparés grâce à un séparateur triphasique placé entre les deux étages. Les boues granulaires sont largement récupérées afin d'en maintenir une concentration convenable dans le compartiment de lit expansé. Dans le compartiment de finition, la teneur en boues granulaires est relativement faible et la rétention de la biomasse se produit à ce niveau favorisée par une turbulence réduite due à la collecte du biogaz dans le premier séparateur et à l'élimination importante de la DCO biodégradable dans le premier étage. Le biogaz produit dans le compartiment supérieur est aussi collecté au niveau du séparateur triphasique supérieur tandis que les eaux traitées quittent le réacteur par une surverse.

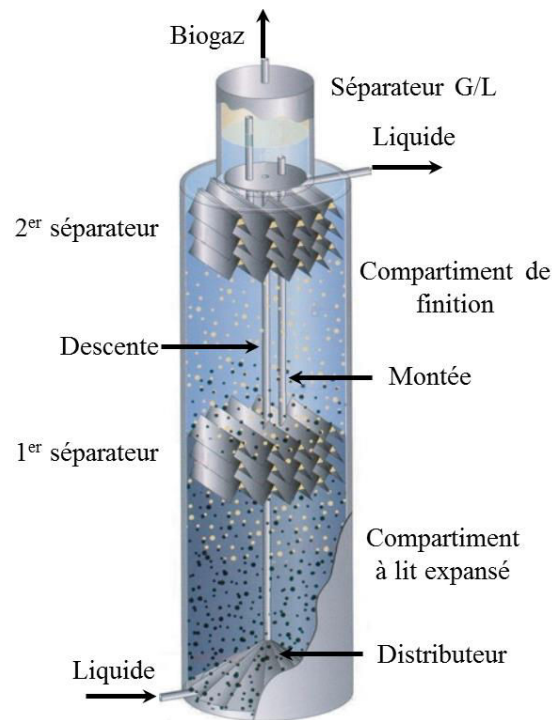


Figure 1.4. Schéma d'un réacteur IC (Paques B.V.).

### 1.1.2.2 Réacteur à supports

#### 1.1.2.2a Réacteur à lit fixe

Pour les réacteurs à lit fixe, il faut noter que différents procédés sont possibles par exemple à flux ascendant, à flux descendant ainsi que hybride combinant avec un lit de boue granulaire. La technologie clé des réacteurs à lit fixe est basée sur l'utilisation d'un garnissage sur lequel sera fixée la biomasse. Dès qu'elle constitue un biofilm à la surface du support, la biomasse

épuratrice est conservée dans le réacteur. Ce processus peut cependant prendre plusieurs mois avant de pouvoir épurer à la charge conçue. D’ailleurs, la maîtrise de la biomasse épuratrice est difficile dans ce type de réacteur ; elle nécessite de choisir des supports offrant une porosité importante et développant de grandes surfaces spécifiques. En outre, les matières en suspension dans les effluents peuvent colmater le support servant au développement du biofilm.

### 1.1.2.2b Réacteur à lit expansé ou fluidisé

La technologie des réacteurs à lit expansé et fluidisé dérive directement des réacteurs à lit fixe. Dans ce cas, on utilise des supports minéraux très fins, tels que le sable de silice, l’anthracite, le charbon actif, la particule céramique, la zéolite, sur lesquels se fixent les boues anaérobies en flocc et développant un film épurateur. Les eaux à traiter sont introduites à la base du réacteur à un débit suffisant pour assurer l’expansion ou la fluidisation du support. Les avantages majeurs du lit expansé et fluidisé sont la charge volumique élevée, le temps de rétention hydraulique court et la faible probabilité de colmatage.

## 1.1.3 Composition et valorisation du biogaz

### 1.1.3.1 Composition du biogaz

La composition du biogaz est variable et intimement liée à la nature des effluents à traiter et aux conditions opératoires du digesteur. En général, le biogaz est composé de 50~75% de méthane et 25~50% de dioxyde de carbone accompagné d’autres composants à l’état de traces (Tableau 1.2). En particulier, de l’hydrogène, des produits intermédiaires de fermentation (alcools, acides, esters…), siloxanes et des organochlorés sont éventuellement présents en très faible teneur. La présence d’hydrogène dans le biogaz est le signe d’un mauvais fonctionnement des bactéries méthanogènes.

Tableau 1.2. Composants chimiques de biogaz et leur propriété (Surendra et al., 2014).

Composant	Concentration (v/v)	propriété
CH <sub>4</sub>	50~75%	Transporteur de l’énergie
CO <sub>2</sub>	25~50%	Diminue la valeur énergétique, corrosif
H <sub>2</sub> S	0~5000 ppm	Corrosif, émission de SO <sub>2</sub>
NH <sub>3</sub>	0~500 ppm	Emission de NO <sub>x</sub>

---

N <sub>2</sub>	0~5%	Diminue la valeur énergétique
Vapeur d'eau	1~5%	Facilite la corrosion avec CO <sub>2</sub> et SO <sub>2</sub>

---

### 1.1.3.2 Valorisation énergétique du biogaz

En plus du dioxyde de carbone connu par le public, le méthane est aussi un des gaz principaux responsables de l'effet de serre. Sa contribution au réchauffement climatique parmi les gaz à effet de serre à l'exception de la vapeur d'eau est de l'ordre de 15%. Sa durée de vie est de 12 ans avant sa dégradation. Dans le plus intéressant classement basé sur le potentiel de réchauffement global, le méthane est considéré comme étant 25 fois plus nocif que le CO<sub>2</sub> à l'échelle considérée de 100 ans. Par conséquent, Il faut éviter de rejeter à l'atmosphère le biogaz qui est principalement constitué de méthane et plutôt le valoriser comme énergie renouvelable et propre. Différentes voies de valorisation sont envisageables : chaleur, électricité, carburant automobile, injection dans le réseau de gaz naturel.

#### 1.1.3.2a Energie thermique

Brûler du biogaz dans une chaudière ou un four est la voie de valorisation la plus ancienne, la mieux maîtrisée et la plus courante. Cette application est possible même avec un biogaz dont la teneur en méthane n'excède pas les 20%. Elle ne requiert donc que de légères contraintes d'épuration du biogaz. En conséquence, il n'y a pas besoin d'énormes investissements et le procédé peut vite être rentabilisé. La chaleur produite peut servir à la génération d'eau chaude, de vapeur ou au chauffage des fours. Cependant, la demande de chaleur varie beaucoup avec la saison et le consommateur doit être placé à proximité de la source. Dans les stations d'épuration, une fraction de biogaz produit est fréquemment utilisée pour conditionner la température des digesteurs.

#### 1.1.3.2b Cogénération

Le principal mode de valorisation du biogaz est sa transformation en électricité et en chaleur dans un moteur de cogénération ou une turbine de micro-cogénération à faible puissance, et dans une turbine à combustion ou à vapeur à forte puissance. Le rendement électrique de ces dernières varie entre 25% et 40% en fonction de la puissance. L'électricité produite est le plus souvent injectée directement dans le réseau de distribution, ce qui permet généralement de bénéficier d'un tarif d'achat préférentiel pour cette énergie produite à partir du biogaz. La chaleur produite permet de chauffer les équipements de la digestion et du traitement de digestat. Les autres possibilités telles que la pile à combustible sont également au choix

(Weiland, 2010). Dans ce cas, une désulfuration et une déshydratation préliminaires sont en principe nécessaires.

### **1.1.3.2c Injection dans le réseau de gaz naturel**

L'injection dans le réseau de gaz naturel du biogaz après épuration constitue un mode alternatif de valorisation au cas où la localisation de la production et la purification de biogaz sont proches du réseau. Ceci constitue un moyen d'utilisation maximale du biogaz. En Europe, parmi plus de 180 stations d'épuration qui valorisent le biogaz, il y a 137 stations d'épuration qui injectent le biométhane dans les réseaux locaux de gaz naturel (Hahn et al., 2014). Plusieurs pays comme l'Allemagne, la Suède, la Suisse, ont défini le standard de la qualité de biogaz pour l'injection (Weiland, 2010). Avant son injection, le biogaz brut doit être purifié en éliminant le CO<sub>2</sub> et les composants indésirables tels que la vapeur d'eau et le H<sub>2</sub>S pour atteindre le standard injectable, puis comprimé à une certaine pression. La composition et la pression d'injection dépendent des spécifications imposées par le réseau. Le coût de la purification et la connexion au réseau constituent les principaux obstacles pour la valorisation du biogaz par injection dans le réseau.

### **1.1.3.2d Carburant de véhicule**

Pour cette application, les spécifications de pureté du gaz sont beaucoup plus sévères que pour les précédentes, puisque le biométhane utilisable comme carburant doit contenir au moins 96% de méthane. D'autres exigences telles que les teneurs en eau, en H<sub>2</sub>S, en hydrocarbures liquides, la taille de poussières sont à respecter. Toutefois, l'utilisation de biogaz comme le carburant automobile sous la forme comprimée est assez répandue en Suède. La Suisse la suit dans ce domaine et d'autres pays tels que l'Allemagne, l'Autriche, la France, l'Espagne, l'Inde, la Chine et les États-Unis sont aussi en train de développer ce type de valorisation (Borjesson & Mattiasson, 2008). Néanmoins, le développement de biogaz en tant que carburant automobile est encore entravé par plusieurs facteurs : le marché commercial insuffisamment développé ; la purification nécessaire à l'exigence stricte pour son utilisation dans un véhicule ; le nombre limité de stations d'approvisionnement, le prix élevé des voitures à moteur bi-carburant (Lantz et al., 2007).

## **1.2 Caractéristique des boues granulaires anaérobies**

Le succès des bioréacteurs anaérobies est dû à l'utilisation de boues granulaires anaérobies. Les caractéristiques microbiologiques et physicochimiques de ces dernières ont un effet

crucial sur l'efficacité du traitement des eaux. Ce lien est réciproque puisque les caractéristiques de ces granules sont fortement dépendantes des propriétés des eaux à traiter (Batstone & Keller, 2001), ainsi que de la conception du réacteur et des conditions opératoires. Dans la suite, et pour des raisons de simplicité, le terme granules sera utilisé pour désigner les granules de boue anaérobie méthanogène.

### **1.2.1 Composition**

Les granules sont principalement constitués de microorganismes, de polymères extra cellulaires (PEC) et de minéraux inorganiques (Bhatti et al., 1995). Les espèces bactériennes sont diverses à l'intérieur du granule et se chargent de différentes étapes de la fermentation. Les bactéries sont abondantes sur la couche superficielle tandis que la couche interne est principalement constituée par les Archaeas méthanogènes avec diverses espèces dominantes : les *Methanosaetas*, *Methanobacterium*-similaire, *Methanospirillum* et *Methanosarcina* (Sekiguchi et al., 1999). Des minéraux inorganiques similaires à la silice proviennent probablement de l'inoculum de granule et l'impureté dans l'alimentation (Ghangrekar et al., 2005). Ils peuvent jouer un rôle de support de la structure du granule lors de la granulation (Subramanyam, 2013).

### **1.2.2 Morphologie**

La forme des granules varie selon les conditions opératoires. Généralement, ils ont une forme approximativement sphérique ou plutôt ellipsoïdale lorsqu'ils sont soumis à une contrainte de cisaillement hydrodynamique (Baloch et al., 2006; Hulshoff Pol et al., 2004). Dans un réacteur anaérobie à deux phases, les granules provenant de la zone dominante par méthanogène ont une surface relativement lisse et une forme régulière, alors que celles provenant de la zone dominante par acidogène disposent d'une forme irrégulière (Baloch et al., 2008).

### **1.2.3 Couleur**

La couleur des granules dépend des espèces microbiennes présentes, des compositions chimiques et de leur structure interne. Généralement, les granules sont noirs ou brun foncé à cause de la précipitation des sulfures métalliques (Hulshoff Pol et al., 2004). A faible taux de charge organique, la couleur devient grise ou même blanche (Kosaric et al., 1990). Exceptionnellement, les granules légèrement colorés avec des taches blanches ont été

observés dans un réacteur UASB pour traiter des eaux usées de brasseries (Pereboom & Vereijken, 1994).

#### **1.2.4 Taille et densité**

Un équilibre dynamique entre la croissance et la perte de granule mène à une distribution de taille différente dans le réacteur (Ahn et al., 2002). En général, les granules ont une taille comprise entre 0,1 et 5 mm de diamètre et une masse volumique de l'ordre de 1010~1080 kg/m<sup>3</sup>, ce qui est variable selon les eaux à traiter et les conditions opératoires du réacteur (Bhunja & Ghangrekar, 2007; Schmidt & Ahring, 1996). D'un point de vue de décantation ou d'entraînement, un diamètre minimal correspondant aux différentes densités est nécessaire afin d'obtenir une meilleure rétention de granules (Bhunja & Ghangrekar, 2007). D'après plusieurs auteurs, la particule dont le diamètre dépasse 0,5 mm est considérée comme un granule (Bellouti et al., 1997; Show et al., 2004; Wang et al., 2004; Yan & Tay, 1997). D'autre part, à cause de l'effet de l'usure et de la diffusion restreinte du substrat, un diamètre maximal existe également pour des granules (Pereboom, 1994). Dans les gros granules, il n'y a qu'une couche active de 200~300 µm environ à l'extérieur (Sekiguchi et al., 1999), le cœur de granules est habituellement creux du fait de l'épuisement du substrat (Alphenaar et al., 1992). De ce fait, des granules trop gros peuvent facilement être entraînés par l'effluent hors du réacteur comme les granules de taille et de masse volumique trop faibles. Dans la pratique industrielle, un diamètre moyen de 1 à 2 mm et une densité d'environ 1050 kg/m<sup>3</sup> semblent favorables à la performance du réacteur.

#### **1.2.5 Propriété de surface**

L'hydrophobicité des granules anaérobies entiers est intimement liée à la tension interfaciale de la solution de substrat qui influence la distribution des bactéries hydrophiles et hydrophobes dans le granule (Daffonchio et al., 1995; Liu et al., 2004a). Parmi les bactéries présentes dans les granules, les bactéries acidogènes sont hydrophiles alors que les bactéries acétogènes et méthanogènes sont hydrophobes (Daffonchio et al., 1995). En outre, la force provenant de l'hydrophobicité entre les bactéries joue un rôle important lors de la granulation (Liu et al., 2004a). Plus les microorganismes sont hydrophobes, plus l'adhésion entre les bactéries est intense, ce qui peut s'expliquer par une diminution plus importante de l'énergie de Gibbs de la surface (Liu et al., 2009).

## 1.2.6 Structure interne des granules

Certain auteurs proposaient une structure en multicouches concentriques (Macleod et al., 1990; Guiot et al., 1992; Liu et al., 2003). D'après cette hypothèse, la couche interne méthanogène constitue le noyau central pour l'initiation de la granulation. La couche intermédiaire est dominée par des bactéries qui produisent et utilisent l'hydrogène, tandis que sur la couche extérieure, les différentes espèces acidogènes sont prédominantes. Contrairement au modèle de multicouches, d'autres auteurs n'ont pas observé de structure en couches (Fang et al., 1995; Grotenhuis et al., 1991; Wu et al., 2001). En général, le substrat riche en glucide dont la dégradation en petites molécules est plus rapide que les étapes suivantes développe des granules avec une structure en couches ; à l'inverse, le substrat dont l'hydrolyse constitue l'étape déterminante, comme par exemple la protéine, ne développe pas de structure en couches (Fang, 2000; Rocheleau et al., 1999). Certains chercheurs ont constaté que dans les réacteurs UASB fonctionnant avec une légère surcharge, la plupart des granules étaient homogènes en composition microbienne (Zhou et al., 2007). D'autres auteurs ont découvert une structure plutôt organisée en cluster, ce qui conduit par rapport à la structure en couches à une limitation moindre du transfert de matière et à moins de zones faibles en substrat (Gonzalez-Gil et al., 2001a). Récemment, à l'aide de la technique de biologie moléculaire de pointe comme par exemple l'hydratation *in situ* en fluorescence en combinant diverse techniques de microscopie (Sanz & Köchling, 2007) et le modèle établi du biofilm, on peut visualiser la structure microbienne tridimensionnelle. Ces résultats ont permis de conclure que la structure intérieure des granules dépend largement de la nature du substrat présent dans les eaux à traiter et de la cinétique de dégradation du substrat (Batstone et al., 2004; Saravanan & Sreekrishnan, 2006; Schmidt & Ahring, 1996).

## 1.2.7 Pores, canaux et cavités

L'existence de pores, de canaux, de cavités dans un granule favorise le transport de matière (substrat, métabolite) et la libération de biogaz (Subramanyam & Mishra, 2008). Des pores sont observés communément à la surface de granules (Lim & Kim, 2014). Les granules matures pour l'élimination du phosphore ont une structure de micropores et microcanaux bien organisés dont la largeur moyenne est comprise entre 291,5 et 446,5 nm (Wu et al., 2010). En outre, la taille des pores est significativement réduite avec l'augmentation de la taille des granules (Wu et al., 2010), ce qui est en accord avec une étude précédente réalisée sur des boues granulaires aérobies (Zheng & Yu, 2007). Concernant la distribution des canaux,



Zhang et al. (2012) ont proposé une structure en cascade dans laquelle les canaux fins convergent vers les gros canaux à l'intérieur des granules. La présence, comme sites de production de biogaz dans le granule, de nombreuses cavités, a également été rapportée par Macleod et al. (1990). Ces chercheurs ont observé que les cavités de diamètre compris entre 2,5 et 40  $\mu\text{m}$  s'entourent des organismes de Methanotrix-similaire. Une structure similaire de cavités est récemment découverte par (Baloch et al., 2008) ; elle ressemble à celle d'apparence alvéolaire évoquée précédemment (Morgan et al., 1991). Par ailleurs, de nombreux espaces vides sont découverts dans les granules contenant plusieurs noyaux avec différents minéraux (Cao et al., 2012).

Des canaux et des pores de 900  $\mu\text{m}$  de profondeur existent également dans les granules aérobies (Tay et al., 2002). Concernant les films aérobies, des canaux de largeur comprise entre 2 et 25  $\mu\text{m}$  s'étendent de la surface du biofilm à une profondeur correspondant au moins à une demi-épaisseur du biofilm pour former un réseau de canaux analogues (Massoldeya et al., 1995). Dans les granules pour oxydation anaérobie de l'ammonium, des canaux de diamètre compris entre 0,4 et 18,9  $\mu\text{m}$  servent au transport de l'eau et de gaz (Lu et al., 2012).

### **1.2.8 Porosité**

Les granules sont des particules extrêmement poreuses. La porosité des granules méthanogènes se situe dans la plage 64-90 %, et diminue lorsque leur diamètre augmente (Mu et al., 2006a). La porosité de granules produisant de l'hydrogène est au contraire relativement faible et est généralement inférieure à 70% (Li & Yu, 2011). Cette faible porosité est probablement liée au fait que les granules produisant de l'hydrogène contiennent plus de PEC, la sécrétion de ces derniers colmatant éventuellement des pores (Liu et al., 2009). De plus, dans les petits granules, les PEC peuvent être aisément éliminés, ce qui n'est pas le cas des gros granules où les PEC ne peuvent être complètement éliminés (Mu et al., 2006a).

### **1.2.9 Résistance mécanique**

La rigidité des granules affecte leur stabilité : une rigidité élevée reflète une structure plus compacte et stable. Parmi les diverses méthodes permettant de quantifier la rigidité des granules, la mesure de résistance mécanique est le plus largement utilisée.

La résistance mécanique des granules est définie comme étant la résistance à la cassure générée par des forces de compression (Hulshoff Pol, 1986). Elle est liée à la masse volumique, à la taille, à la forme morphologique, et à la rigidité des granules. Certains

chercheurs ont découvert que des granules riches en fer montrent une résistance plus importante que les autres et donnent tout de même un ordre de grandeur de 10 kPa (van Hullebusch et al., 2007). En plus du fer, la précipitation de calcium dans les granules contribue également à améliorer la résistance mécanique des granules. Les valeurs de la résistance mécanique de granules aérobies riches en calcium (86,8~151,1 mg/g SS) varient de 160 à 420 kPa (Ren et al., 2008). Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par (Gonzalez-Gil et al., 2001a) pour des granules anaérobies provenant des eaux usées de brasseries. Ces résultats permettent de déduire que l'effet de la composition des granules joue un rôle plus important sur la résistance mécanique que le type de granules. En outre, l'existence de PEC proche de la surface du granule a un effet plus important sur la rigidité des granules qu'au cœur du granule (Batstone & Keller, 2001). On peut noter que les granules résistants sont souhaitables dans l'industrie.

### **1.2.10 Vitesse de décantation**

La vitesse de décantation est un facteur critique pour la maîtrise de la séparation granule-liquide et par conséquent l'efficacité du traitement, en particulier dans les réacteurs IC et EGSB où la vitesse d'écoulement ascendant est très importante. Elle est intimement liée à la taille, la forme, la masse volumique et la porosité des granules. La vitesse de décantation augmente avec l'augmentation de la taille de granule (Mu & Yu, 2006). Les granules nourris avec des protéines et ayant une forme non sphérique sédimentent plus lentement, leur vitesse étant inférieure à celle estimée pour des granules de la forme sphérique (Batstone & Keller, 2001). Selon Schmidt & Ahring (1996), on distingue trois gammes différentes de la vitesse de sédimentation pour des granules : la gamme médiocre correspondant à des vitesses inférieures à 20 m/h ; la gamme satisfaisante entre 20 et 50 m/h et la gamme performante qui correspond à des vitesses de sédimentation supérieures à 50 m/h.

### **1.2.11 Polymère extracellulaire**

Des PEC sécrétés par des microbes comportent des polysaccharides, des protéines, des glycoprotéines, des acides nucléiques, des phospholipides et des acides humiques (Wingender et al. 1999 ; Liu et al., 2009). Ils existent sous une forme quelconque d'agrégats microbiens tels que les bioflocs, biofilms, et granules anaérobies et aérobies. Ils jouent un rôle crucial lors de la formation et la maintenance de la stabilité structurelle des granules, ainsi que sur la caractéristique de la surface des granules (Liu et al., 2004b). Cependant une grande quantité de PEC n'est pas nécessaire pour les granules, car ils peuvent colmater les pores des granules

et par conséquent diminuer la porosité, la perméabilité et augmenter la résistance de la diffusion du substrat (Li & Yuan, 2002; Schmidt & Ahring, 1996).

### **1.2.12 Transfert de matière dans les granules**

Le substrat est d'abord transféré par convection de la phase liquide vers la surface des granules. Cette étape est suivie successivement par une diffusion interne du substrat et une dégradation chimique. En plus de la porosité et la taille des pores, le diamètre du granule influence aussi sur la vitesse du transfert de substrat qui décroît avec l'augmentation de la taille du granule (Franco et al., 2008). Par ailleurs, la concentration du substrat et la vitesse d'écoulement sont deux facteurs qui déterminent principalement le transfert de matière.

Dans les granules anaérobies, il existe une limitation du transfert de matière : la résistance au transfert de matière interne étant plus importante que celle au transfert de matière externe (Gonzalez-Gil et al., 2001b), compte tenu de l'effet de chacune d'elles sur l'élimination du substrat (Chou et al., 2008). Le transfert de matière à l'intérieur de granules s'effectue essentiellement par diffusion moléculaire (Li & Yuan, 2002; Mu et al., 2006a), tandis que la convection prédomine pour le transfert de matière externe. De ce fait, une augmentation de la vitesse superficielle du liquide peut provoquer une diminution de la résistance dans le film liquide en favorisant ainsi le transfert externe (Zaiat et al., 2000). Cependant, Gonzalez-Gil et al. (2001b) ont expérimentalement trouvé que l'effet de la vitesse d'écoulement ascendante sur le transfert de matière externe était limité. C'est-à-dire que la résistance au transfert de matière externe peut être négligée au-delà d'une vitesse d'écoulement importante.

## **1.3 Influence du cisaillement**

Dans un bioréacteur, la contrainte de cisaillement autour de granules est majoritairement générée par l'écoulement ascendant du biogaz produit, du liquide et la collision entre les particules (Bhunia & Ghangrekar, 2008). Elle joue un rôle essentiel sur la formation, la structure, le transfert de matière et le métabolisme des biofilms et boues granulaires (Liu & Tay, 2002). D'un point de vue industriel, la contrainte de cisaillement peut servir de paramètre de contrôle lors du fonctionnement des réacteurs.

La valeur de la contrainte de cisaillement exercée sur les granules dépend de la vitesse relative entre les granules et l'écoulement du liquide (Jiang et al., 2014b; Zima-Kulisiewicz et al., 2008). A proximité de la surface des granules, cette grandeur est relativement importante, de sorte que la structure surfacique soit aisément influencée. D'ailleurs, la durée de la contrainte

de cisaillement est aussi significative que sa valeur pour son effet sur les granules et biofilms (Zima et al., 2007).

### **1.3.1 Effet sur la formation des granules**

Une contrainte de cisaillement minimale est requise pour la granulation qui peut être favorisée par une vitesse d'écoulement importante du liquide ascendant. Les résultats de Noyola & Moreno (1994) ont montré que des boues en floc se transformaient en boues granulaires anaérobies en augmentant leur agglomération par simple renforcement de la contrainte de cisaillement durant une courte période. Dans d'autres travaux (Tay et al., 2001), si aucun granule aérobique n'a été observé dans un réacteur SBR fonctionnant sous une faible vitesse superficielle de gaz, des granules réguliers apparaissent par contre aux grandes vitesses superficielles du gaz.

### **1.3.2 Effet sur la structure des granules**

Une contrainte de cisaillement importante provoque une densification et un amincissement des biofilms et des granules (Pereboom & Vereijken, 1994; vanLoosdrecht et al., 1995). Selon Vanderhaegen et al. (1992), l'existence d'une contrainte de cisaillement est essentielle pour maintenir l'intégrité des granules, ce qui est en accord avec l'étude de Franco et al. (2006) sur les granules de dénitrification. De plus, la contrainte de cisaillement affecte la composition bactérienne et la diversité du biofilm, ralentit la maturation du biofilm et tend à maintenir un biofilm frais (Rochex et al., 2008).

### **1.3.3 Effet sur le transfert de matière**

Le transfert de matière dans un réacteur gazosiphon dépend largement de conditions hydrodynamiques, telles que la rétention du gaz, le régime d'écoulement, la rupture et la coalescence de bulles de gaz (Vazquez et al., 2000). La contrainte de cisaillement favorise le transfert du substrat en intensifiant la convection de la phase liquide autour de granules solides (Liu et al., 2011). On peut noter que le comportement hydrodynamique local a un effet double sur le transfert de matière : une forte turbulence induisant une contrainte de cisaillement élevée facilite le transfert du substrat par convection dans la couche limite externe mais augmente la densité des granules et biofilms, ce qui a un effet négatif sur le transfert du substrat à l'intérieur des granules (Liu & Tay, 2002). Compte tenu de ces deux effets compétitifs antagonistes, il existe un point optimal correspondant aux conditions

hydrodynamiques les plus favorables au transfert du substrat (Zhang et al., 2011; Zhang et al., 2012).

### **1.3.4 Effet sur le métabolisme des espèces microbiennes**

La contrainte de cisaillement influe sur le comportement métabolique des espèces microbiennes. Le biofilm répond à la contrainte de cisaillement en régulant sa voie métabolique qui détermine le flux du substrat entre le catabolisme et l'anabolisme. Par exemple, une contrainte de cisaillement accélère la sécrétion de PEC (Wu et al., 2009). En fait, cet effet n'a pas encore été bien étudié et compris.

### **1.3.5 Cas du réacteur séquentiel discontinu**

L'hydrodynamique dans les réacteurs SBR (Sequencing Batch Reactor) est largement étudiée du fait que l'aération soit une étape nécessaire pour ce type de réacteur. La géométrie du réacteur et la concentration en solides influencent significativement la configuration de l'écoulement (Ren et al., 2009; Zima-Kulisiewicz et al., 2008). Dans les travaux de Ren et al. (2009), un nouveau modèle a été établi en se basant sur la dissipation d'énergie pour quantifier la contrainte de cisaillement subie par des granules aérobies. Lorsque la concentration en biomasse croît, la contrainte de cisaillement exercée à la surface des granules et le taux de perte de biomasse augmentent à la fois du fait de l'intensification de la turbulence par la phase solide. Les gros granules renforcent la contrainte de cisaillement et élèvent le taux de perte de biomasse. Ainsi, un équilibre entre la perte de biomasse et la croissance des granules est atteint, de sorte que la taille des granules soit maintenue dans une gamme limitée. Quant aux granules utilisés pour l'oxydation anaérobie de l'ammonium, l'augmentation de la contrainte de cisaillement provoque une diminution de leur taille d'environ 30% et une accumulation de nitrites qui contribue à une faible rétention de la biomasse et à l'instabilité de ce processus (Arrojo et al., 2008).

### **1.3.6 Cas de réacteurs à écoulement ascendant**

Le comportement hydrodynamique dans les réacteurs anaérobies à écoulement ascendant a fait l'objet de nombreuses études ces dernières années. La comparaison du comportement hydrodynamique dans les réacteurs EGSB et UASB a été réalisée par Brito & Melo (1997). Ainsi, les travaux montrent que pour la phase liquide le réacteur EGSB se comporte comme un réacteur agité continu, tandis que le réacteur UASB se comporte plutôt comme un réacteur à écoulement piston avec certaine dispersion axiale. Dans le réacteur EGSB, la

résistance au transfert de matière externe est négligeable du fait de la faible résistance au film liquide, tandis que le transfert de matière est limité dans le réacteur UASB du fait des faibles vitesses superficielles du liquide et du gaz.

La configuration de l'écoulement ascendant des phases liquide et gaz dans un réacteur tubulaire peut engendrer une circulation d'écoulement relativement homogène le long de la hauteur du réacteur. Dans ces conditions, les granules sont constamment soumis à l'usure hydraulique et présentent des surfaces régulières. Un rapport plus élevé entre la hauteur et le diamètre de ce type de réacteur intensifie l'usure (Liu & Tay, 2002).

Un modèle a été établi par Pereboom & Vereijken (1994) pour estimer la vitesse de cisaillement dans un réacteur IC où la vitesse de cisaillement moyenne vaut le double de celle obtenue dans un réacteur UASB. Des granules cultivés dans le réacteur IC sont plus gros et moins rigide. L'étude menée par Wu et al. (2006) est plutôt focalisée sur l'effet de la contrainte de cisaillement et de l'usure sur la désintégration des granules. Cette étude montre qu'une augmentation brusque du cisaillement entraîne la fin d'activités biologiques des granules tandis qu'on peut atteindre des cisaillements assez élevés sans que les granules ne meurent avec une augmentation progressive. L'effet de la contrainte de cisaillement sur la nucléation des granules a aussi été étudié par Wu et al. (2009) qui montrent que la nucléation n'est favorisée ni par un faible ni par un fort cisaillement. C'est plutôt une force de cisaillement appropriée qui contribue au mieux à la nucléation. Une contrainte de cisaillement intensifiée exercée directement à la surface des granules affaiblit la structure des granules et leur activité. La force requise pour une désintégration de granules augmente avec la taille des granules (Wu et al., 2012). On peut conclure que la désintégration des granules résulte de la compétition entre la rigidité des granules et la force de cisaillement environnante.

## **1.4 Agitation**

### **1.4.1 Notion d'agitation**

L'agitation est l'opération qui consiste à mélanger une ou plusieurs phases pour une homogénéité requise. Plusieurs tâches et buts peuvent être accomplis simultanément ou non par une opération d'agitation. Parmi ces tâches, on distingue à titre d'exemple l'homogénéisation de concentration et de température, l'intensification du transfert thermique et du transfert de masse, la mise en suspension d'un solide dans un liquide, la dispersion de deux liquides immiscibles ou d'un gaz dans un liquide. C'est une technologie classique et

importante qui est largement utilisée dans différents secteurs de l'industrie chimique, de l'environnement, de l'agroalimentaire, etc. Par exemple, dans l'industrie alimentaire, un mauvais mélange dû à la présence de zones mortes induit l'existence de gradients de température et de concentration.

Un dispositif d'agitation est constitué d'un système d'entraînement, d'un arbre sur lequel on peut fixer un ou plusieurs mobiles d'agitation et d'une cuve ouverte ou étanche éventuellement munie de chicanes et contenant les matières à mélanger. En général, le moteur et l'arbre sont relativement semblables, tandis que les formes du mobile d'agitation sont très diverses, comme par exemple l'hélice marine, la turbine à pales inclinées, la turbine Rushton, l'ancre, le ruban hélicoïdal etc. Ces mobiles peuvent être classés selon la configuration de l'écoulement engendré, comme mobiles axiaux, radiaux ou tangentiels.

#### 1.4.2 Méthode de Metzner-Otto

On présente tout d'abord le nombre de Reynolds et le nombre de puissance avant la présentation de la méthode de Metzner-Otto.

Les paramètres d'agitation dépendent généralement du régime d'écoulement qui est déterminé à partir du nombre de Reynolds. Dans une cuve cylindrique agitée, le nombre de Reynolds est défini comme suit :

$$Re = \frac{\rho ND^2}{\mu} \quad (1.1)$$

où  $\rho$  est la masse volumique du liquide,  $N$  est la vitesse de rotation,  $D$  est le diamètre du mobile,  $\mu$  est la viscosité dynamique du liquide.

Le nombre de puissance est un nombre sans dimension qui est souvent utilisé pour définir les conditions de mélange. Il est également connu sous le nom du nombre de Newton et défini de la manière suivante :

$$N_p = \frac{P}{\rho N^3 D^5} \quad (1.2)$$

où  $P$  est la puissance d'agitation qui est reliée au couple comme suit :

$$P = 2\pi N(C_1 - C_2) \quad (1.3)$$

où  $C_2$  est le couple résistant de l'agitateur à vide,  $C_1$  est le couple en présence de charge. La puissance volumique est souvent utilisée comme critère d'extrapolation.

Afin de déterminer la relation entre la vitesse de cisaillement moyenne et la vitesse de rotation d'un mobile donné dans le cas d'un milieu non-newtonien, (Metzner & Otto, 1957) proposent une approche qui est ultérieurement nommée méthode de Metzner-Otto. Cette méthode est utilisée en régime laminaire où le nombre de puissance diminue avec le nombre de Reynolds obéissant une loi de puissance d'un exposant proche de -1 et est adaptée pour l'évaluation de la consommation d'énergie lors du mélange de fluides non-newtoniens.

Selon Metzner et Otto, le principe de cette méthode repose sur l'utilisation de dispositifs de géométrie identique, l'un contenant le liquide newtonien et l'autre le liquide non-newtonien. Les deux systèmes d'agitation étant maintenus à la même vitesse de rotation en régime laminaire, le liquide newtonien initialement visqueux est dilué progressivement jusqu'à ce que sa consommation d'énergie corresponde à celle du liquide non-newtonien. Les paramètres géométriques et les conditions opératoires étant identiques, la viscosité apparente du fluide non-newtonien est alors assimilée à celle connue du fluide newtonien engendrant la même consommation énergétique que le fluide non-newtonien.

Concrètement, les différentes étapes de la méthode de Metzner-Otto sont décrites ci-dessous :

- a. Mesure du couple  $C$  et de la vitesse de rotation  $N$  avec des liquides newtoniens monophasiques de viscosité connue.
- b. Réalisation de la courbe caractéristique  $N_p=f(Re)$  de l'équipement d'agitation choisi.
- c. Mesure de  $C$  en fonction de  $N$  avec le liquide non-newtonien d'intérêt.
- d. Lecture de  $C$  correspondant à  $N$  en régime laminaire et calcul du nombre de puissance  $N_p$ .
- e. Obtention de  $Re$  correspondant à partir de la courbe  $N_p=f(Re)$  réalisée.
- f. Extraction de la viscosité apparente  $\eta$  à partir de la valeur de  $Re$  obtenue à l'étape précédente.
- g. Déduction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  caractéristique à partir de la courbe d'écoulement du liquide non-newtonien d'intérêt par assimilation de  $\eta$  à une viscosité apparente.
- h. Détermination de la relation entre  $\dot{\gamma}$  et  $N$  obtenues précédemment.

### **1.4.3 Analyse théorique de la méthode Metzner-Otto**

Le profil de vitesses de cisaillement peut être obtenu, en se basant sur la méthode de Metzner-Otto, à partir de la résolution des équations de conservation, dans le cas d'un ruban hélicoïdal,



en régime laminaire et permanent, les effets d'extrémités étant négligés (Ait-Kadi et al., 2002) :

$$\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = \frac{\frac{4\pi N (R_i)^{2/n}}{n} \frac{1}{r}}{\left(\frac{R_i}{R_e}\right)^{2/n} - 1} \quad (1.4)$$

Où  $R_i$  et  $R_e$  sont les rayons des cylindres intérieur et extérieur respectivement de l'analogie virtuel du système réel ;  $N$  est la vitesse de rotation du cylindre intérieur ;  $\dot{\gamma}_{r\theta}$  est la composante du tenseur de vitesse de déformation ;  $n$  est l'indice d'écoulement.

Le rayon du cylindre extérieur  $R_e$  reste inchangé et le rayon du cylindre intérieur  $R_i$  peut être déduit aisément :

$$R_i = \frac{R_e}{\left(1 + \frac{4\pi N \left(\frac{2\pi m L R_e^2}{c}\right)^{1/n}}{n}\right)^{n/2}} \quad (1.5)$$

Où  $C$  est le couple transmis ;  $L$  est la hauteur du cylindre intérieur.

Ainsi, une procédure d'étalonnage réalisée à l'aide d'un fluide newtonien de viscosité connue  $\mu$  permettra de déterminer  $R_i$

$$R_i = \frac{R_e}{\left(1 + \frac{8\pi^2 N \mu L R_e^2}{c}\right)^{n/2}} \quad (1.6)$$

La variation de la vitesse de cisaillement, ou de son amplitude, dans l'entrefer en fonction de l'indice d'écoulement  $n$  est ensuite examinée en analysant l'équation suivante :

$$\dot{\gamma}(r, n) = -\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = \frac{4\pi N}{n} \frac{\left(\frac{R_e}{r}\right)^{2/n}}{\left(\frac{R_e}{R_i}\right)^{2/n} - 1} = K_s N \quad (1.7)$$

On constate que l'amplitude de la vitesse de cisaillement est essentiellement indépendante de  $n$  dans une région étroite autour d'une valeur  $r^*$ . A la position optimale de  $r^*$ , pour tous les fluides, l'équation se réduit à une relation linéaire entre l'amplitude de la vitesse de cisaillement et la vitesse de rotation du cylindre intérieur  $N$  de la géométrie Couette et donc de la géométrie du système réel :

$$\dot{\gamma}(r^*) = K_s N$$

où  $\dot{\gamma}$  est la vitesse de cisaillement effective et  $K_s$  est la constante de Metzner-Otto qui est déterminée à l'aide de corrélations empiriques en régime laminaire.

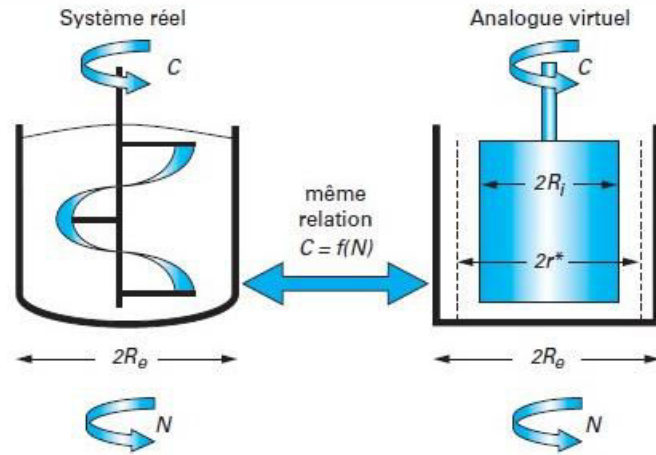


Figure 1.5. Principe de l'analogie Couette.

#### 1.4.4 Constante de Metzner-Otto

En théorie, la relation entre la vitesse de cisaillement moyenne et la vitesse de rotation est linéaire en régime laminaire, c'est-à-dire qu'il existe une constante de Metzner-Otto  $K_s$  de proportionnalité entre ces deux paramètres. Selon Metzner et Otto, la constante  $K_s$  est indépendante des caractéristiques de liquides utilisés, mais elle dépend de la géométrie du mobile. De plus, cette méthode n'est valable qu'en régime laminaire soit pour un nombre de Reynolds inférieur à 10 (Metzner et al., 1961). Ces auteurs estiment par ailleurs qu'on peut se contenter en pratique d'une valeur 11 pour cette constante pour des hélices telles que l'hélice marine, la turbine à pales inclinées. Cependant, hormis le consensus sur la dépendance de la géométrie de mobile avec la constante  $K_s$ , des controverses existent dans des études postérieures concernant la relation entre la constante  $K_s$  et l'indice d'écoulement  $n$ . Des différents comportements contradictoires ont été rapportés : une diminution de  $K_s$  lorsque  $n$  augmente (Netušil & Rieger, 1993; Yap et al., 1979), ou au contraire, une augmentation de  $K_s$  avec l'augmentation de l'indice  $n$  (Brito-De La Fuente et al., 1997; Carreau et al., 1993; Wang et al., 2000), ou encore une valeur constante de  $K_s$  indépendante de  $n$  (Ayazi Shamlou & Edwards, 1985; Chowdhury & Tiwari, 1979). Dans ce dernier cas, la constante  $K_s$  n'est fortement dépendante de l'indice d'écoulement que lorsque la valeur de  $n$  est faible (Delaplace et al., 2006).

Récemment, des études basées sur la mécanique des fluides numérique ont été réalisées afin d'estimer la valeur de  $K_s$  et de déterminer sa dépendance avec les caractéristiques du fluide et la géométrie du mobile. Les travaux de (Shekhar & Jayanti, 2003) montrent que la constante de Metzner-Otto est largement indépendante de la rhéologie du fluide lorsque l'indice

d'écoulement est supérieur à 0,7 mais dépend de la géométrie du mobile. De plus, une valeur de 21,7 est obtenue pour la constante lorsque l'indice d'écoulement se situe dans la plage 0,3~1 pour un nombre de Reynolds compris dans la gamme 0,1~100. D'autres chercheurs utilisent trois différentes méthodes pour calculer la constante  $K_s$  en utilisant un double ruban hélicoïdal et trouvent des valeurs cohérentes comprises entre 32,9 et 35,7 (Zhang et al., 2008). Il faut noter que ces travaux se limitent souvent au seul cas d'un fluide obéissant à la loi de puissance.

### 1.4.5 Nombre de Reynolds critique

Traditionnellement, le nombre de Reynolds est un critère permettant de distinguer le régime d'écoulement. Dans la méthode de Metzner-Otto, dès que le nombre de Reynolds dépasse une valeur critique, le nombre de puissance n'est plus une loi de puissance. Bien qu'une valeur critique générale fût donnée par Metzner et Otto, cette valeur varie selon la géométrie du mobile et par conséquent une extension du régime laminaire avec un nombre de Reynolds supérieur à 10 existe pour le ruban hélicoïdal (Tableaux 1.3).

Tableaux 1.3. Nombre de Reynolds critiques apparus dans la bibliographie.

Type de mobile	Seuil de $Re$
Ruban hélicoïdal intérieur-extérieur (Wang et al., 2000)	50
Ruban hélicoïdal simple (Cheng & Carreau, 1994; Jahangiri, 2008)	70
Ruban hélicoïdal combiné à une vis d'Archimède (Brito-De La Fuente et al., 1997)	100

### 1.4.6 Choix du mobile d'agitation

La configuration de l'écoulement, la vitesse de cisaillement engendrée, la caractéristique de fluide sont des paramètres à prendre en compte pour le choix d'un mobile approprié. Hormis le cas de mélanges de liquides hautement visqueux, le ruban hélicoïdal est aussi utilisé pour l'agitation de suspensions, notamment lorsqu'elles contiennent une matière sensible au fort cisaillement (Jolicœur et al., 1992; Kamen et al., 1992). Pour tenir compte du risque de désintégration des granules de boue, un ruban hélicoïdal est adopté dans nos expériences pour mélanger la suspension granules-solution nutritive. Il existe plusieurs types de ruban

hélicoïdaux comme par exemple le ruban hélicoïdal simple, le ruban hélicoïdal double, le ruban hélicoïdal combiné à une vis d'Archimède, le ruban hélicoïdal intérieur-extérieur.

### **1.4.7 Configuration de l'écoulement du ruban hélicoïdal**

En dépit de différents types de rubans hélicoïdaux, la configuration de l'écoulement principal est approximativement similaire. Le liquide s'écoule, selon le sens d'inclinaison des pales, vers le bas entre la pale et la paroi de cuve, vers le centre au fond du réacteur, vers le haut le long de l'axe du mobile et radialement vers l'extérieur à proximité de la surface de la cuve (Ihejirika & Ein-Mozaffari, 2007; Kunczewicz et al., 2013; Robinson & Cleary, 2012; Zhang et al., 2008). La direction de la configuration de l'écoulement principale s'inverse lorsque l'on inverse le sens de rotation du mobile pour un sens d'inclinaison de pales donné. Il faut souligner que deux processus sont importants dans cette configuration de l'écoulement. L'un correspond à l'écoulement de circulation qui engendre une vitesse de cisaillement forte se produisant entre la pale et la paroi de la cuve. L'autre correspond à l'écoulement axial qui favorise la convection entre les zones bien cisailées et moins cisailées (Delaplace et al., 2000). Si la consommation d'énergie est la même quel que soit le sens de rotation du mobile, le temps de mélange est plus court pour une rotation ayant un effet de pompage vers le bas (Ihejirika & Ein-Mozaffari, 2007).

### **1.4.8 Effet de la géométrie**

#### **1.4.8.1 Distance pale-paroi**

Le débit de circulation et la vitesse de cisaillement du liquide sont plus élevés lorsqu'on diminue la distance pale-paroi. Cependant l'efficacité de pompage entre le bord intérieur et extérieur de la pale n'augmente pas toujours ; elle commence à diminuer lorsque le mobile tourne extrêmement proche de la paroi de la cuve. Dès que l'efficacité de pompage diminue, l'échange entre les zones de cisaillement élevé et faible se réduit. Le fluide est pour la plupart plutôt entraîné par l'écoulement tangentiel. En conséquence, l'effet de mélange n'est pas forcément amélioré par la diminution de la distance pale-paroi.

#### **1.4.8.2 Rapport pas/diamètre**

Pour une distance pale-paroi fixée, la capacité de pompage du ruban hélicoïdal augmente avec le rapport pas/diamètre à la condition que le rapport est inférieur à  $\pi$ . Au contraire, la vitesse de cisaillement se réduit lorsque le rapport pas/diamètre augmente. Ces deux effets compétitifs sur le processus de mélange conduit à un optimum du pas en dépendant la

distance pale-paroi. De ce fait, il a un effet positif sur le processus de mélange quand le cisaillement dans la zone pale-paroi est élevé et vice versa. Toutefois, son effet est moins important que celui de la distance pale-paroi.

### **1.4.8.3 Largeur de pale**

Une pale plus large intensifie l'écoulement dû à la circulation tangentielle dans une certaine limite. Au-delà de la limite, l'effet de pompage axial diminue du fait que l'écoulement vers le haut est trop important par rapport à celui vers le bas. En général, si le rapport entre la largeur de pale et le diamètre du mobile se situe dans la plage de 0,06 à 0,22, la largeur de pale a peu d'influence sur la consommation d'énergie et le cisaillement dans l'interstice pale-paroi. En ce qui concerne le nombre de pales, ruban hélicoïdal double améliore l'effet axial par rapport au ruban hélicoïdal simple.

## **1.5 Rhéologie de boues**

Conformément à la définition de Bingham (1929), la rhéologie est la science de la déformation et de l'écoulement de la matière, spécialement de la matière non classique (Tanner & Walters, 1998). C'est un domaine interdisciplinaire concernant polymères, matériaux, cosmétiques, agroalimentaires, produits pétroliers, géophysique, et bien sûr mécanique appliquée (Tanner, 2009). Concrètement, la rhéologie est l'étude du comportement des matériaux du point de vue de la viscosité, l'élasticité et la plasticité sous l'effet de contraintes ou de déformations appliquées. Par ailleurs, l'objectif de la rhéologie est de déterminer l'équation d'état rhéologique du fluide en effectuant des mesures relatives de forces et de déformations et en exploitant ces résultats à l'aide des équations appropriées (Midoux, 1993).

### **1.5.1 Définition des grandeurs rhéologiques**

#### **1.5.1.1 Viscosité et mesure d'écoulement**

Considérons un mouvement dans le cas d'un cisaillement simple et supposons qu'un cube élémentaire est soumis à un effort résultant  $F$  (Figure 1.6). La section supérieure se déforme parallèlement à la vitesse  $v$  tandis que la section inférieure est immobile.

La contrainte de cisaillement est définie comme la force divisée par la surface sur laquelle elle est appliquée :

$$\tau = F/S \quad (1.8)$$

La déformation de cisaillement est définie comme la déformation relative par unité de longueur :

$$\gamma = dx/x_0 \quad (1.9)$$

La vitesse de cisaillement est définie comme le taux de déformation de cisaillement ou le gradient de vitesse :

$$\dot{\gamma} = d\gamma/dt = v/z_0 \quad (1.10)$$

La viscosité dynamique est définie par le rapport entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement :

$$\eta = \tau/\dot{\gamma} \quad (1.11)$$

La contrainte de cisaillement augmente avec la vitesse de cisaillement, mais la viscosité dépend des propriétés propres du matériau.

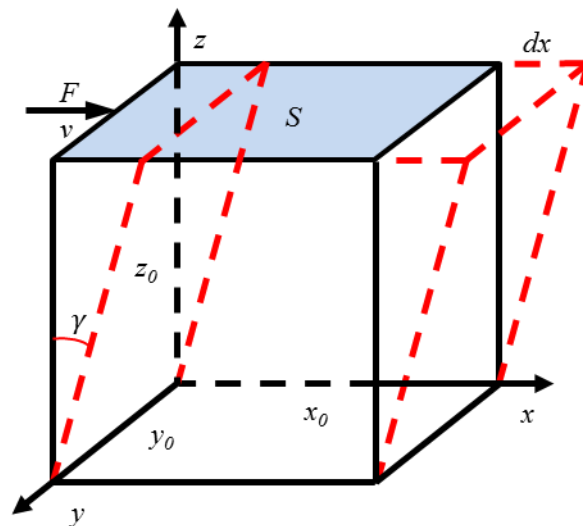


Figure 1.6. Ecoulement stable dans le cas d'un cisaillement simple.

Dans le cas d'un fluide purement visqueux (fluide newtonien), la viscosité est constante, indépendante du cisaillement. Cependant un fluide non-newtonien possède une viscosité apparente et son comportement rhéologique est plus complexe comme dans le cas de fluides rhéofluidifiants, rhéoépaississants, viscoélastiques, thixotropes et les fluides à seuil. En général, les comportements sont décrits par les courbes d'écoulement (ou rhéogrammes) qui permettent de déterminer une fonction entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement (Figure 1.7).

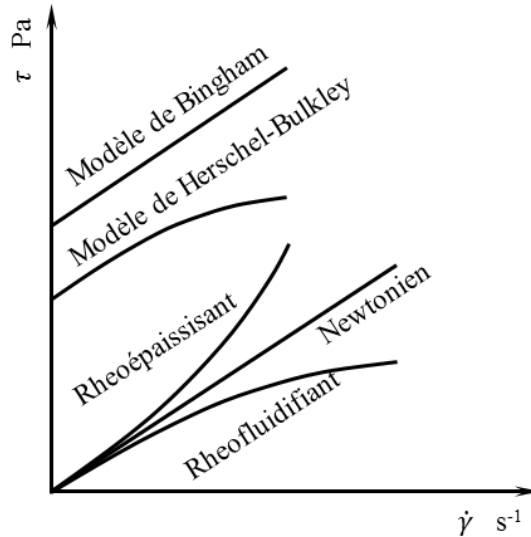


Figure 1.7. Rhéogrammes des divers comportements rhéologiques.

### 1.5.1.2 Fluide sans seuil de contrainte

Fluides rhéofluidifiants et fluides rhéoépaississants sont deux principales catégories qui concernent des fluides non-newtoniens sans seuil de contrainte. Le dernier est beaucoup moins fréquent que le premier et les fluides utilisés dans cette étude sont plutôt rhéofluidifiants. Pour le fluide rhéofluidifiant, la viscosité apparente décroît avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement jusqu'à atteindre une viscosité limite. Au contraire, la viscosité apparente des fluides rhéoépaississants croît lorsque la vitesse de cisaillement augmente.

Il existe différentes lois qui permettent de décrire le comportement sans seuil de contrainte. La loi de puissance (modèle d'Ostwald de Waele) est la plus simple et la plus communément utilisée :

$$\eta = k\dot{\gamma}^{n-1} \quad (1.12)$$

Où  $k$  est le coefficient de consistance et  $n$  est l'indice d'écoulement, avec  $n < 1$  lorsque les fluides sont rhéofluidifiants, alors et  $n > 1$  lorsqu'ils sont rhéoépaississants. Les limites de cette loi interviennent quand le matériau présente un comportement newtonien approximatif dans la région de faible ou forte vitesse de cisaillement. Au-delà, il est préférable d'utiliser le modèle de Carreau permettant décrire toute la gamme de vitesses de cisaillement :

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = (1 + (\lambda\dot{\gamma})^2)^{\frac{n-1}{2}} \quad (1.13)$$

### 1.5.1.3 Fluides à seuil de contrainte

Le comportement à seuil de contrainte concerne les fluides ayant un caractère plastique. Au-dessous du seuil de contrainte, le matériau ne s'écoule pas et se comporte comme un solide. Ceci est lié à une structure interne assez rigide qui ne se rompt pas à moins qu'une contrainte minimale soit exercée. Il y a quelques modèles qui peuvent décrire le comportement de tels fluides (Tableau 1.4). Le modèle de Bingham est le plus simple avec une application limite, alors que le modèle de Herschel-Bulkley est largement utilisé pour la plupart des fluides plastiques. Le modèle de Casson convient de décrire le comportement rhéologique du sang et des produits alimentaires.

Tableau 1.4. Modèle rhéologique décrivant des fluides à seuil de contrainte (Midoux, 1993).

Modèle	Loi rhéologique
Bingham	$\tau = \tau_c + \mu_B \dot{\gamma}$
Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_c + k\dot{\gamma}^n$
Casson	$\tau^{1/2} = \tau_c^{1/2} + (k\dot{\gamma})^{1/2}$

### 1.5.1.4 Viscoélasticité et mesure dynamique

En plus des fluides purement visqueux et élastiques, la plupart des fluides sont viscoélastiques, tels que la mayonnaise, la pâte de chocolat, les mélanges eau-argile, c'est-à-dire qu'ils ont un comportement à la fois visqueux et élastique. Lorsqu'on applique ou supprime brusquement une contrainte, la viscoélasticité se manifeste en particulier en régime transitoire dans lequel la structure de l'échantillon évolue avant de se stabiliser. Pour connaître cette propriété de matériaux, une mesure dynamique, par exemple balayage de déformation, de fréquence, et de contrainte, est généralement mise en œuvre sur un rhéomètre.

Lors d'une mesure dynamique, une contrainte sinusoïdale est appliquée à une fréquence  $f$  sur un rhéomètre à contrainte imposée. Le signal de contrainte peut s'écrire :  $\tau(t) = \tau_0 \cdot \sin(\omega t)$  où  $\tau_0$  est l'amplitude de la contrainte ;  $\omega = 2\pi f$  est la pulsation en rad/s et  $t$  est le temps. Le signal de réponse en déformation d'un matériau viscoélastique est déphasé, car ce dernier dissipe une partie de l'énergie en se déformant, soit :  $\gamma(t) = \gamma_0 \cdot \sin(\omega t + \delta)$  où  $\gamma_0$  est l'amplitude de la déformation,  $\delta$  est l'angle de phase entre la contrainte et la déformation (Figure 1.8).



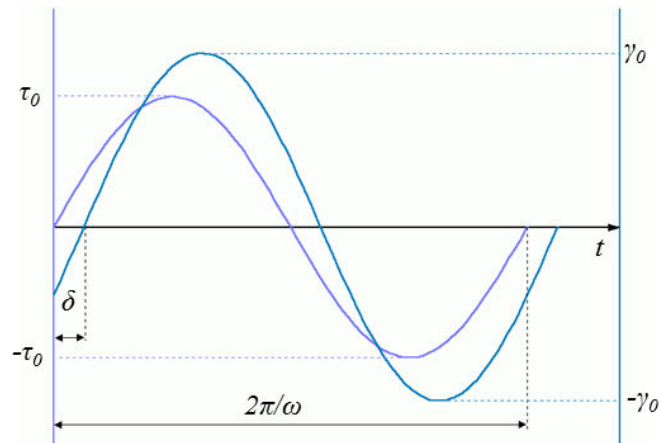


Figure 1.8. Déphasage entre contrainte et déformation d'un matériau viscoélastique soumis à une oscillation sinusoïdale.

En tenant compte de la dualité entre viscosité et élasticité, les nombres complexes sont souvent utilisés lorsqu'un matériau est soumis à une sollicitation dynamique. Par exemple, le module complexe  $G^*(t)$  pour une sollicitation en cisaillement s'écrit :

$$G^* = \tau/\gamma = G' + iG'' \quad (1.14)$$

où  $\tau$  et  $\gamma$  sont respectivement la contrainte et la déformation dynamiques ;  $G'$ , la partie réelle de  $G^*$  correspond au module de stockage,  $G''$ , la partie imaginaire de  $G^*$  est le module de perte.

Le facteur de perte du matériau est égale à la tangente de l'angle  $\delta$  :  $\tan\delta = G''/G'$ . Il représente la fraction d'énergie dissipée durant un cycle de charge. Dans un matériau purement visqueux,  $\delta = 90^\circ$  et  $G^* = G''$  ; quant au matériau parfaitement élastique,  $\delta = 0^\circ$  et  $G^* = G'$ . De même, on utilise une viscosité complexe  $\eta^*$ .

### 1.5.2 Signification de la rhéologie de boue

La rhéologie de boues est un paramètre fondamental concernant la conception et l'opération d'un réacteur, d'une station dans la mesure où elle affecte, à titre d'exemple, le pompage, le mélange, le transfert de matière et le transfert thermique, la gestion de boues résiduelles telle que la déshydratation, le stockage et le transport, l'utilisation agricole et l'incinération (Baudez et al., 2011; Baudez et al., 2013b; Dentel, 1997; Lotito et al., 1997; Moeller & Torres, 1997; Monteiro, 1997; Seyssiecq et al., 2003). En conséquence, l'intérêt majeur des études est de déterminer les paramètres rhéologiques de ces boues comme la viscosité, le seuil de contrainte ainsi que les modules de stockage et de perte. Certaines études indiquent que les paramètres rhéologiques servent de guide opérationnel au processus de conditionnement et de

déshydratation (Abu-Orf & Dentel, 1999; Dentel et al., 2000; Yen et al., 2002). De plus, le phénomène de l'hystérésis observé dans le rhéogramme est choisi comme indication pour la croissance excédentaire des bactéries filamenteuses dans les boues activées (Tixier et al., 2003a; Tixier et al., 2003b).

La partie qui suit va s'attacher séparément aux caractéristiques rhéologiques de boues activées, boues granulaires et boues digérées, ainsi que les facteurs d'influence.

### **1.5.3 Etude de boues activées**

La rhéologie a fait l'objet de nombreux travaux dans le domaine de boues activées depuis que le traitement biologique des eaux usées est devenu un sujet d'intérêt. Certaines études sont consacrées à la rhéologie de boues activées visant à l'amélioration du processus de décantation et de déshydratation de ces boues (Mikkelsen & Keiding, 2002; Ormeci, 2007). Malgré l'abondance des articles dans ce domaine, les résultats présentés dans la bibliographie ne sont pas toujours faciles à comparer. Ceci est non seulement dû aux différentes techniques de mesure utilisées, mais aussi au comportement complexe des boues activées lié à une différence importante de leur structure dans une suspension. En dépit de cela, il est bien connu que la suspension de boues activées est un fluide non-newtonien (Seyssiecq et al., 2003) dont le comportement rhéologique est similaire à celui d'une suspension de particules asymétriques (Coussot & Ancey, 1999). Selon Mori et al. (2006), le modèle de Herschel-Bulkley est approprié pour décrire le comportement d'une matière plastique et d'un fluide rhéofluidifiant. Mais Guibaud et al. (2004) préfèrent utiliser le modèle de Bingham. Le point commun de ces deux modèles concerne l'augmentation de la concentration en solide conduisant à la fois à une élévation du seuil de contrainte et de la viscosité apparente (Baroutian et al., 2013; Guibaud et al., 2004; Mori et al., 2006).

Après leur déshydratation, les boues activées pâteuses deviennent plus visqueuses et suivent le modèle de Herschel-Bulkley. Du fait de l'absence de digestion, les boues d'épuration fermentent rapidement et continûment lors de leur stockage, ce qui conduit à l'augmentation de matière grasse et par conséquent à la diminution de la viscosité apparente. Une courbe maitresse est obtenue par normalisation indiquant un état stable de boues activées pâteuses (Baudez et al., 2004; Baudez & Coussot, 2001)

### **1.5.4 Etude de boues granulaires**

Les boues granulaires sont plutôt utilisées dans des réacteurs anaérobies de haute efficacité. Elles se répartissent principalement en bas du réacteur grâce à leur importante capacité de sédimentation. Leur comportement rhéologique influe sur le transfert du substrat et la dégradation biochimique. Plusieurs études ont déjà été consacrées à la caractérisation de leur rhéologie (Mu et al., 2006b; Su & Yu, 2005; Pevere, 2006).

La suspension de boues granulaires est viscoplastique et rhéofluidifiante. Les modèles de Bingham et de Herschel-Buckley sont appropriés à décrire son comportement rhéologique. Parmi les facteurs d'influence décrits ci-dessous, des interactions entre des particules sont plus importantes.

### **1.5.5 Etude de boues digérées**

Les boues d'épuration sont des résidus inévitables en traitement des eaux usées et leur grande quantité a fait l'objet d'une attention considérable. Il est préférable de les traiter pour éviter un impact environnemental énorme. En Europe, la production de boues d'épuration a excédé 0,3 millions de tonnes de matière sèche par jour et augmentera au moins de 10% en 2020 (Baudez et al., 2013a), tandis que plus de 30 millions de tonnes de boues d'épuration à 80% d'humidité sont générées par an en Chine et dont presque 80% n'atteignent pas le seuil de stabilisation (Duan et al., 2012). La digestion anaérobie est une méthode effective pour réaliser la stabilisation. Elle est déjà largement appliquée en Europe et aux Etats-Unis et est en train de se développer dans de nombreux autres pays. De plus, il est possible de récupérer le biogaz comme énergie renouvelable supplémentaire dans la station d'épuration.

Les boues digérées montrent un comportement rhéofluidifiant à seuil de contrainte qui obéit au modèle de Herschel-Bulkley et à la loi de puissance aux vitesses de cisaillement faibles et intermédiaires, tandis que le modèle de Bingham est suffisant pour le décrire aux vitesses de cisaillement élevées (Baudez et al., 2011). Quant à leur comportement viscoélastique, il est similaire à celui d'une matière molle vitreuse (Baudez et al., 2013a). En outre, la rhéologie de ces boues peut être simulée par des fluides transparents (Eshtiaghi et al., 2012). Le carboxyméthyl cellulose (CMC) est approprié à l'écoulement permanent à une vitesse de cisaillement élevée, le Corbopol gel pour des écoulements de courte durée et la suspension d'argile Laponite pour un comportement dépendant du temps et avec structures internes.

## 1.5.6 Facteurs d'influence

### 1.5.6.1 Concentration en solide

La concentration en solide dans la solution contribue de façon importante au comportement rhéologique d'une suspension. Les particules occupant un certain volume rempli de fluide modifient les conditions d'écoulement : la viscosité macroscopique de la suspension augmente avec la fraction solide. La loi d'Einstein qui relie la viscosité de la suspension à la fraction volumique du solide suspendu, s'applique à de très faibles concentrations en solide (inférieur à 1%) et suppose que les particules soient rigides, sphériques et l'absence d'interactions et de la turbulence. Elle s'exprime sous la forme suivante :

$$\eta/\eta_0 = 1 + 2,5\Phi \quad (1.15)$$

où  $\Phi$  est la fraction volumique des particules,  $\eta$  est la viscosité de la suspension et  $\eta_0$  est la viscosité du liquide. Lorsque la fraction solide augmente, des interactions entre particules solides dans le fluide deviennent complexes. Batchelor & Green (1972) ont établie l'expression au second ordre d'une telle suspension :

$$\eta/\eta_0 = 1 + 2,5\Phi + 7,6\Phi^2 \quad (1.16)$$

Cette expression n'est cependant que pour des écoulements simples, et pour une fraction solide de l'ordre de quelque pourcentage.

Différentes suspensions de boues rencontrées dans le domaine environnemental, telles que les boues activées, les boues digérées, les boues granulaires et d'autres types de boues, se comportent comme un fluide non-newtonien. Grâce aux interactions renforcées entre les particules (Forster, 2002), leur viscosité augmente généralement avec la concentration de matière en suspension suivant une fonction exponentielle (Mu et al., 2007; Mu et al., 2006b; Tixier et al., 2003a; Pevere, 2006).

### 1.5.6.2 Température

Un autre facteur important qui affecte la viscosité des boues est la température. Puisque la biomasse n'est capable de vivre que dans une gamme étroite de températures, les études rapportées sont effectuées à faible variation de température. La viscosité apparente des boues activées provenant d'un bioréacteur à membranes immergées décroît de manière logarithmique avec l'augmentation de la température (Hasar et al., 2004). Il en est de même pour des boues granulaires anaérobies (Pevere et al., 2009) et des boues anaérobies produisant

de l'hydrogène (Mu et al., 2007). De plus, la relation entre la viscosité et la température peut s'exprimer par la loi du type d'Arrhénius comme suit :

$$\eta = f(T) = A \exp\left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (1.17)$$

où  $A$  est une constante,  $T$  est la température absolue,  $R$  est la constante universelle des gaz parfaits et  $E_a$  est l'énergie d'activation pour la viscosité. La valeur de  $E_a$  peut indiquer l'amplitude de variation de la viscosité en fonction de la température (Steffe, 1996). A haute température, la structure du réseau de particules s'affaiblit, se traduisant par une décroissance de la viscosité. Mais pour des boues digérées, l'histoire thermique joue aussi un rôle important. La loi habituelle de la température n'est plus valable du fait que la conversion de solide en matière dissous est irréversiblement provoquée lors de l'augmentation de la température (Baudez et al., 2013b).

### 1.5.6.3 Charge de surface

La charge de surface (généralement représentée par le potentiel zêta) affecte également la viscosité apparente des boues. La diminution de la charge de surface conduit à un effet de répulsion moins intense entre particules et favorise la compaction des floccs se traduisant par une plus faible viscosité, de même que pour des boues granulaires (Pevere et al., 2009; Pevere et al., 2006; Tixier et al., 2003b). L'addition de cations génère une influence négative sur la viscosité, indépendante de la valence du cation. En effet, la charge de surface est déterminée par un ensemble d'autres paramètres tels que le pH, le PEC, la propriété de la paroi bactérienne qui sont associés à l'origine des boues échantillonnées (Liu et al., 2004b).

### 1.5.6.4 Polymères extracellulaires

Les PEC sécrétés par les bactéries sont essentiellement constitués de protéines, polysaccharides et graisses. Ils sont rencontrés dans différents agrégats microbiens tels que les boues activées, les biofilms, les boues granulaires. En tant que macromolécules, ils jouent un rôle de liant qui permet aux microorganismes de se réunir et de former des floccs ou des agrégats de cellules (Mikkelsen & Keiding, 2002). Son influence sur la viscosité des boues est directe ou indirecte par la modification de la charge de surface qui est mentionnée précédemment. La décroissance de la viscosité des boues est liée à la quantité de PEC extraits. Une libération d'exopolysaccharide par la famine conduit à une diminution des caractéristiques viscoplastique et rhéofluidifiante des boues (Mori et al., 2008). Le PEC peut être stratifié par centrifugation et ultrason en PEC lié lâchement et PEC lié intimement (Yu et

al., 2008), le dernier jouant un rôle plus important sur la structure et la rhéologie des boues (Yuan & Wang, 2013).

#### **1.5.6.5 Source**

La conception et le fonctionnement de bioréacteurs déterminent ensemble les propriétés physicochimiques de boues granulaires et influencent sur leur rhéologie (Pevere et al., 2007). Ce résultat est en accord avec d'autres études réalisées sur des boues activées (Laera et al., 2007) et des boues digérées (Riley & Forster, 2001). Les granules possèdent une taille plus importante, la suspension a une viscosité plus faible (Pevere et al., 2005), car les plus petits granules ont globalement une grande surface de contact. D'autres chercheurs aboutissent cependant à des conclusions contradictoires (Su & Yu, 2005). Ceci pourrait être lié à la source des boues qui constitue la seule différence entre ces deux études. En effet, les boues utilisées par Pevere et al. sont anaérobies, celles de Su et al. étant aérobies. L'effet de la rugosité des boues granulaires sur leur viscosité est négatif du fait de la résistance à l'écoulement provoquée par la rugosité (Pevere et al., 2009). En outre, la teneur en molécule d'eau liée renforce la liaison entre les particules conduisant à l'augmentation de la viscosité.

En plus des facteurs mentionnés ci-dessus, la composition, la masse volumique, le pH et la concentration en ions influencent également la rhéologie des boues (Forster, 2002; Tixier et al., 2003b).

## **1.6 Digestion anaérobie des boues d'épuration**

Généralement, lorsque la fraction de matière solide est supérieure à 15%, la digestion anaérobie est considérée comme étant à concentration en solide élevée (Dong et al., 2013). En particulier, ce seuil peut se réduire à 8% pour une alimentation pure de boues d'épuration du fait de leurs propriétés complexes (Jiang et al., 2014a). En plus des boues d'épuration, une large variété de matières organiques produites dans les domaines municipaux, industriels, agricoles et provenant de gaspillages alimentaires, de déchets agricoles, du lisier, des fractions organiques des ordures ménagères peuvent servir à l'alimentation du digesteur et sont déjà largement étudiés (Karthikeyan & Visvanathan, 2012). Toutefois, les études sur la digestion anaérobie des boues d'épuration à haute concentration en solide sont encore relativement peu abondantes. Les études sont généralement plutôt consacrées à des concentrations faibles, par exemple inférieures à 5% (Bolzonella et al., 2012; Bougrier et al., 2007).

Fujishima et al. (2000) ont étudié l'effet de la teneur en eau sur la digestion anaérobie lorsque la fraction maximale de matière solide est de 11%. Une augmentation de la fraction de matière solide conduit à une diminution de l'élimination de solide volatil et de la production de méthane, ainsi que de la quantité de diverses bactéries. Cependant, des études récentes montrent que l'efficacité de la digestion est maintenue à une fraction de matière solide élevée. Les travaux de Nges & Liu (2010) montrent, en réalisant une digestion à une concentration en solide de 8~12%, que la réduction du temps de rétention hydraulique de la phase solide conduit à l'augmentation de la vitesse de production de biogaz et du rendement volumique en méthane, mais à une diminution de l'élimination de solide volatil. En effectuant une digestion alimentée par des boues d'épuration ayant une teneur en matière solide de 20% dans un réacteur semi-continu et parfaitement agité en zone mésophile, Duan et al. (2012) ont trouvé que la concentration de l'azote en ammonium libre était le facteur inhibitif principal. Par rapport à la digestion traditionnelle à faible concentration en solide, le système peut supporter une charge organique 4 à 6 fois plus importante avec un rendement de production en méthane et un taux d'élimination de solide volatil comparables pour un même temps de rétention hydraulique de la phase solide.

D'autres chercheurs, Hidaka et al. (2013) ont réussi à traiter des boues d'épuration avec une concentration en solide de 10% dans un réacteur continu parfaitement agité en zone mésophile, alors que le traitement n'a pas réussi en zone thermophile à une concentration en solide de 7,5% à cause de l'inhibition de l'azote en ammonium. Ceci est en accord avec le résultat de Nakashimada et al. (2008) qui, pour pouvoir réaliser une digestion anaérobie thermophile avec une concentration en solide de 17%, ont dû enlever l'ammoniac à cause de son effet d'inhibition à concentration élevée. Ils ont de plus constaté que l'ajout de la matière organique facilement dégradable favorise la digestion.

Par ailleurs, la co-digestion anaérobie des boues d'épuration mélangées avec d'autres matières organiques a été également étudiée (Borowski et al., 2014; Gou et al., 2014; Liu et al., 2012). Pour une digestion anaérobie des boues d'épuration à haute concentration en solides, l'ajout de co-substrat organique tel que gaspillages alimentaires améliore non seulement la stabilité du système, mais aussi la production de biogaz (Dai et al., 2013). De plus, les coûts d'investissement et de fonctionnement d'un co-digester sont plus faibles par rapport au cas avec deux digesteurs séparés (Hosseini Koupaie et al., 2014).

## **1.7 Etude de l'impact d'une particule**

En tant que processus fondamental dans la nature, l'impact se produit partout. À l'échelle planétaire, la formation du cratère d'impact est l'un des processus importants impliqués dans l'évolution de la surface planétaire. A l'échelle normale, la goutte de pluie ou un caillou tombe à la surface du lac ou dans un tas de sable. Les études liées à l'impact constituent un sujet fascinant et ont abondamment été rapportées dans diverses revues, notamment en physique et en matériaux. Dans le domaine des matériaux, les expériences d'impact sont réalisées pour détecter la propriété d'un matériau (Chai & Manikandan, 2014; Edelsten et al., 2010; Richardson & Wisheart, 1996). Dans le domaine de la physique, l'accent est mis sur la connaissance du mécanisme lors de l'impact et des effets produits après l'impact tels que le diamètre et la profondeur des cratères, le jet, la cavité etc... (Ambroso et al., 2005; Fedorchenko & Wang, 2004; Katsuragi & Durian, 2013; Thoroddsen & Shen, 2001). Divers projectiles sont utilisés pour des expériences d'impact, dont la sphère solide ou la goutte de liquide sont le plus souvent utilisées.

### **1.7.1 Cas d'une sphère solide**

Dans un récipient cylindrique de taille restreinte, la présence des parois latérales réduit la profondeur de pénétration, ainsi que l'effet du fond mais de façon limitée (Seguin et al., 2008). Lorsqu'une sphère solide tombe dans un fluide viscoplastique, la cible se comporte au voisinage de la sphère comme un liquide à partir d'une contrainte de cisaillement produite par l'impact supérieure au seuil de contrainte (Tabuteau et al., 2011). L'air entraîné par la sphère dans le fluide forme une cavité d'air (Akers & Belmonte, 2006) qui est pincée au-dessous de la surface d'impact tandis que la partie supérieure de la cavité rebondit vers le haut. Un jet se produit par l'effondrement de la cavité pour une vitesse d'impact suffisante. Dès que la valeur de la contrainte devient inférieure à la valeur seuil, la cible se comporte à nouveau comme un solide.

Lorsque la cible est du sable humide, la forme de cratère et la profondeur de pénétration sont intimement liées à la saturation de l'eau interstitielle qui modifie la viscosité et le seuil de contrainte de particules de sable (Marston et al., 2012; Takita & Sumita, 2013). La faible saturation de l'eau inhibe l'effondrement du mur de cratère et la dispersion de l'éjecta, causant ainsi la diminution du diamètre et l'augmentation de la profondeur du cratère. A saturation importante de l'eau, le sable humide devient fluidifié, de sorte que le diamètre et la



profondeur du cratère augmentent à la fois. Lorsqu'on utilise du sable sec, les phénomènes sont totalement différents (Lohse et al., 2004; Uehara et al., 2003). Des particules de sable sont éjectées dans toutes les directions et un cratère se forme par l'impact du solide. Lorsque le cratère s'effondre, un jet de granules entraîné directement vers l'air apparaît.

### **1.7.2 Cas d'une goutte de liquide**

L'impact d'une goutte sur la surface d'un liquide ou d'un solide a déjà largement été étudié pour différentes applications telles que le refroidissement par pulvérisation (Lembach et al., 2010), l'impression à jet d'encre (van Dam & Le Clerc, 2004), la connaissance et la quantification de la précipitation (Villermaux & Bossa, 2009), ou tout simplement pour la connaissance fondamentale de la physique sous-jacente (Xu et al., 2005; Yarin, 2006).

Etant différente d'une sphère solide, on ne peut négliger la déformation et l'effet capillaire éventuel qui jouent effectivement des rôles importants lors de l'impact d'une goutte liquide (Clanet et al., 2004; Nicolas, 2005; Pregent et al., 2009). Dans le cas d'un impact dans un liquide miscible, le cratère et la couronne atteignent en même temps la taille maximale. Ensuite, la couronne commence à retomber en générant une onde capillaire qui se propage vers le fond du cratère qui est en train de reculer, tandis qu'un jet central dirigé vers le haut apparaît (Berberović et al., 2009; Bisighini et al., 2010). A grande vitesse d'impact, en plus de la formation d'une couronne de taille plus importante, un dôme se forme au-dessus du cratère, ainsi que un jet vers le bas (Bisighini et al., 2010).

Dans le cas d'un impact dans un liquide immiscible, la goutte s'aplatit et s'étend à la surface du cratère et atteint une déformation maximale dans le liquide qui devient plus large avec l'augmentation de la vitesse d'impact. La restauration de la forme de la goutte favorisant la fragmentation éventuelle est principalement due à la tension interfaciale (Lhuissier et al., 2013).

Dans le cas de l'impact sur une couche granulaire ayant une surface déformable, la forme du cratère dépend à la fois de la vitesse d'impact et de la taille du granule (Katsuragi, 2011; Katsuragi, 2010). Le cratère est cylindrique et relativement profond à une faible vitesse d'impact. Après un impact à grande vitesse, on peut observer la formation d'une bosse convexe qui est plus haute que le niveau initial de la surface plutôt que la formation d'un cratère (Katsuragi, 2010). De plus, la durée de pénétration est proportionnelle à la racine carrée de la viscosité de la goutte liquide, alors que le diamètre du cratère est indépendant de la viscosité de la goutte (Katsuragi, 2011).

### **1.7.3 Autres projectiles**

D'autres projectiles sont également utilisés pour les expériences d'impact (Omidvar et al., 2014; Truscott et al., 2014). Pour étudier la fracture dynamique d'une suspension de maïs, Roché et al. (2013) ont utilisé un cylindre en métal. L'impact du cylindre provoque une transition de liquide à solide et un orifice ouvert. Ils ont trouvé que l'apparition des fractures et la caractéristique des fissures dépendent largement de l'épaisseur de la couche et de la fraction volumique des particules dans la suspension.

## Chapitre 2. Matériels et méthodes

Ce chapitre présente tout d'abord les différents montages expérimentaux utilisés durant ce travail de thèse et qui comportent essentiellement 3 types de réacteurs : un réacteur 3D, un réacteur 2D et une cuve agitée. Cette partie sera suivie de la description détaillée des techniques de mesure, des résultats relatifs aux caractéristiques des solutions de polymère utilisées et des boues.

### 2.1 Montages expérimentaux

#### 2.1.1 Réacteur 3D

Pour se rapprocher des conditions hydrodynamiques industrielles, nous disposons d'un réacteur en plexiglas à l'échelle de laboratoire (diamètre interne de la zone de réaction de 0,05 m, hauteur de 1,4 m). La géométrie de ce réacteur (Figure 2.1a) est globalement proche de celle du réacteur industriel qui est de type gazosiphon à circulation interne (IC). Cependant, pour accéder facilement aux paramètres hydrodynamiques, la géométrie de ce réacteur a été légèrement modifiée par rapport à celle du réacteur industriel IC. Le tube de 0,015 m de diamètre qui constitue la jambe de descente est externe et non pas interne afin de faciliter l'observation et les mesures de débit dans la descente. Deux boîtes carrées supplémentaires sont respectivement mises au premier étage du réacteur 3D et au tube de descente pour faciliter la mesure de champ de vitesse. En bas du réacteur, un distributeur perforé (diamètre d'orifice de 0,5 mm) alimente le réacteur en gaz pour simuler le biogaz produit par les boues granulaires. La dimension détaillée du réacteur 3D est illustrée à l'annexe 1. La gamme de débits de gaz utilisée dans ce réacteur 3D en maquette froide se réfère à celle obtenue en maquette chaude dans un réacteur identique à l'université Tsinghua en Chine. Deux débitmètres volumiques (Aalborg, États-Unis) préalablement étalonnés permettent de mesurer le débit de gaz entrant qui varie dans la gamme de 1,55~27,24 mL/min. Les étalonnages du débitmètre sont réalisés par la méthode d'emportage. La corrélation entre les débits mesurés et affichés est bien linéaire (Figure 2.2). L'alimentation en liquide et le réglage du débit de liquide à l'entrée du réacteur sont assurés par une pompe péristaltique munie d'un variateur de vitesse. La vitesse en fût vide du liquide entrant est illustrée dans le tableau ci-dessous correspondant à une gamme de débit entre 0 et 500 mL/min.

Tableau 2.1. Vitesse en fût vide correspondant au débit du liquide entrant dans le réacteur 3D

Débit du liquide entrant (mL/min)	0	260	500
Vitesse en fût vide (m/s)	0	$2,21 \times 10^{-3}$	$4,25 \times 10^{-3}$

### 2.1.2 Réacteur 2D

Pour mieux observer l'interaction entre des granules de boue et des bulles de gaz et faciliter les mesures du champ de vitesse, une colonne bidimensionnelle en plexiglas, ayant une section de 30×10 mm et une hauteur de 250 mm, est utilisée pour simuler la zone de réaction dans le réacteur 2D (Figure 2.1b). Deux types de distributeur sont placés au fond du réacteur afin d'engendrer différents diamètres de bulles : un fritté et une grille. Le débit de liquide entrant est fixé pour obtenir une vitesse superficielle de liquide de 15 m/h, ce qui est une valeur typique dans un réacteur industriel IC. Le débit de gaz entrant est variable pour faire varier le débit de circulation de la phase liquide.

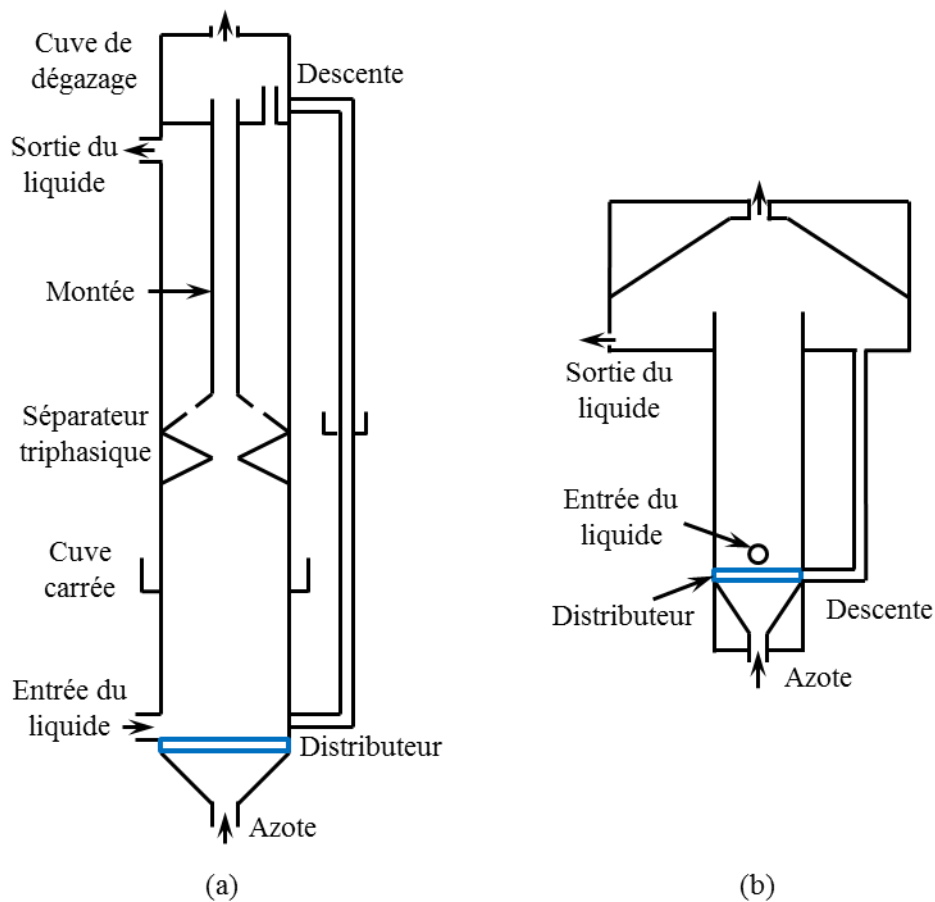


Figure 2.1. Montages du réacteur 3D (a) et du réacteur 2D (b).

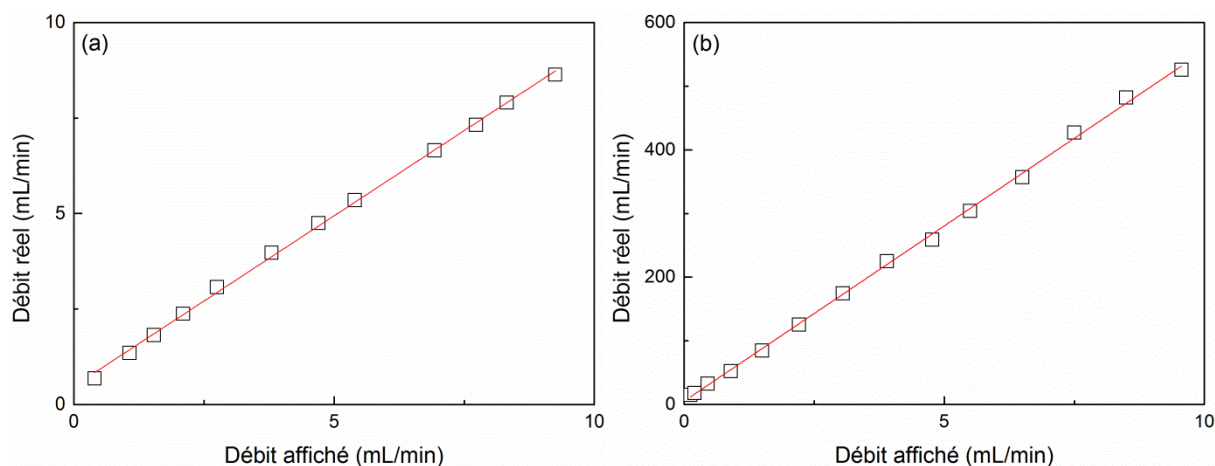


Figure 2.2. Etalonnage du débitmètre à la gamme de 0~10 mL/min (a) et de 0~500 mL/min (b).

### 2.1.3 Cuve agitée

Pour étudier l'effet de la vitesse de cisaillement sur la production de biogaz, un dispositif comprenant une cuve agitée est utilisé (Figure 2.3). Il consiste en une cuve en inox munie d'une double enveloppe, d'un moteur d'agitation (Heidolph, Allemagne), d'un ruban hélicoïdal, d'un thermostat, d'un support réglable et d'un vase de Mariotte. La cuve de 80 mm de diamètre et 81,5 mm de hauteur est fixée au support et maintenue à 35°C grâce au thermostat. La solution de substrat provenant du vase de Mariotte alimente continuellement le fond de la cuve. La cuve est agitée à l'aide d'un ruban hélicoïdal dont la largeur, le pas et le diamètre sont respectivement de 10, 70 et 70 mm. La vitesse de rotation du mobile d'agitation est contrôlée par un variateur sur le moteur. Le couple est mesuré à l'aide d'un couplemètre (Scaime, France) durant ce travail. L'opération du réacteur à chaque vitesse de rotation du mobile dure une période d'une semaine ou plus jusqu'à atteindre le débit de biogaz et la teneur en méthane stables.

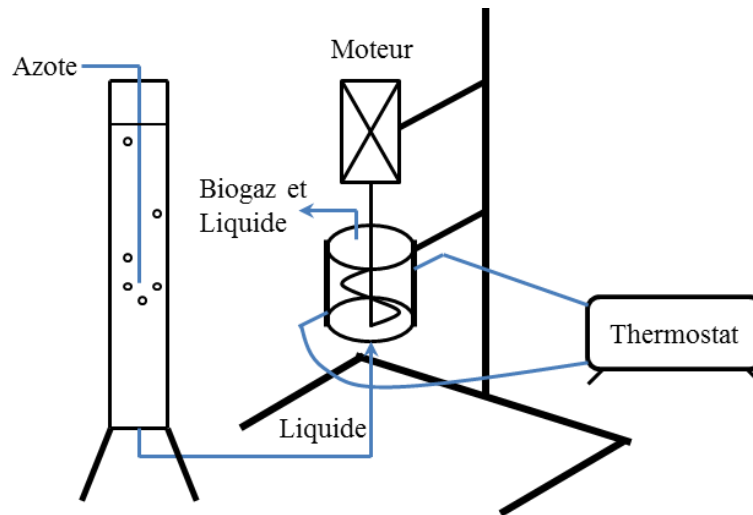


Figure 2.3 Montage du système de cuve agitée.

### 2.1.4 Vase de Mariotte

Le vase de Mariotte utilisé dans cette étude est un récipient dont la partie supérieure est fermée hermétiquement par un bouchon percé d'un trou par lequel passe un tube plongeur, ouvert à la pression atmosphérique et qui permet la libre introduction du gaz dans le réservoir à son extrémité inférieure. Ainsi, le liquide situé au même niveau que l'extrémité inférieure du tube est à pression atmosphérique. Un orifice situé dans la partie inférieure du réservoir permet l'écoulement du liquide (Figure 2.4). Le diamètre de l'ajutage doit être suffisamment large pour que la tension superficielle n'intervienne pas. Le récipient est initialement rempli de liquide sur une hauteur qui peut atteindre la hauteur maximale du réservoir. L'application de l'équation de Bernoulli montre alors que le débit de liquide est maintenu constant tant que le niveau du liquide reste au-dessus de l'extrémité inférieure du tube. Le débit de la phase liquide peut être régulé en modifiant la hauteur d'immersion du tube en faisant coulisser ce dernier.

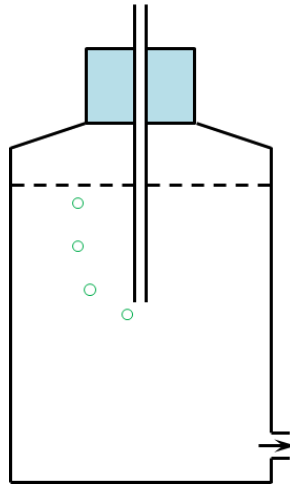


Figure 2.4. Schéma du vase de Mariotte.

## 2.2 Techniques de mesure

### 2.2.1 Mesure du champ de vitesse

La vélocimétrie par images de particules (PIV) est une technique optique non intrusive permettant de mesurer, dans un plan de l'écoulement, les champs de vitesse instantanés au sein d'un fluideensemencé par des particules de traceur dont les caractéristiques sont judicieusement choisies. Elle est largement utilisée dans le domaine de la mécanique des fluides et du génie des procédés depuis son apparition dans les années 1980 (Adrian, 2005).

#### 2.2.1.1 Composants du system PIV

Le system PIV (Dantec Dynamics, Danemark) disponible au laboratoire comporte les divers éléments suivants : deux lasers, deux caméras, une unité centrale de contrôle, un robot de déplacement des caméras et un ordinateur équipé d'un logiciel de traitement d'images.

Les deux lasers sont de type Nd-YAG pulsés à une fréquence de 15 Hz (New Wave Research, États-Unis). Les faisceaux laser sont transformés chacun, au travers d'une lentille cylindrique, en une nappe laser intensivement lumineuse et extrêmement mince (2 mm maximum). Les deux nappes sont focalisées et se superposent sur la zone de mesure. Leur énergie maximale est de 15 mJ chacun.

Les deux caméras digitales (double images) d'une résolution de 768×484 pixels peuvent enregistrer 30 paires d'image par seconde en niveau de gris, sur 8 bits. Le processeur (Flowmap 1500, Dantec MT) permet de synchroniser la prise d'images sur le flash laser, la durée de ce flash et l'intervalle de temps entre deux prises d'images successives. Le robot de

déplacement permet de modifier, dans les trois directions cartésiennes, la position des caméras afin de balayer divers points et fenêtres de mesure. Le logiciel de traitement d'images (Flow Manager) divise les images en milliers d'aires d'intégration de petite taille (32x32 pixels). Le calcul du champ de vitesse est alors obtenu en effectuant une corrélation croisée.

### **2.2.1.2 Ensemencement des particules de traceur**

Un des points primordiaux et complexes dans l'utilisation de cette technique est le choix du traceur, car la vitesse instantanée du fluide obtenue en utilisant le système PIV est basée sur la mesure de la vitesse des particules de traceur illuminées par la nappe laser. Ainsi, idéalement, ces particules devraient suivre exactement l'écoulement sans vitesse relative et sans le perturber. De ce fait, la masse volumique des particules de traceur doit être proche de celle du fluide. La dimension de ces particules est cependant soumise à plusieurs contraintes. Elles doivent être suffisamment petites afin de ne pas perturber l'écoulement et leur quantité dans l'aire d'interrogation doit être raisonnable. Une dizaine de particules par aire d'interrogation est idéale pour un fonctionnement optimal de la corrélation croisée. Cependant, la taille de ces particules doit aussi être suffisamment élevée pour négliger des effets du mouvement brownien et réfléchir la plupart de la lumière pour être visible sur l'image, c'est-à-dire occuper aux moins deux pixels. Les particules de traceur utilisées dans cette étude sont des billes de verre argentées (Merck, France) de 15  $\mu\text{m}$  de diamètre moyen et de masse volumique 1400  $\text{kg}/\text{m}^3$ . Leur vitesse de sédimentation est de l'ordre de 30  $\mu\text{m}/\text{s}$ , ce qui représente environ 1% des valeurs de vitesses de liquide étudiées.

### **2.2.1.3 Principe du système PIV**

La technique PIV permet d'accéder à la mesure du champ de vitesse par suivi du déplacement des particules de traceur dispersées de façon homogène au sein du fluide. Le processus clé consiste à enregistrer par la caméra, à des instants successifs parfaitement contrôlés, des images contenant les particules de traceur éclairées par un plan laser. Le déplacement local de chaque particule qui reste dans l'épaisseur du plan d'éclairage donne accès au vecteur instantané de vitesse. Le champ de vitesse instantané correspond à la projection de l'ensemble des vecteurs instantanés de vitesse dans le plan d'éclairage. Généralement, le laser impulsionnel délivre deux impulsions espacées d'un intervalle de temps qui est choisi par l'opérateur selon la vitesse à mesurer pour optimiser le traitement ultérieur.



### **2.2.2 Caméra rapide**

Deux caméras rapides sont utilisées en fonction de la rapidité des phénomènes à observer. Elles sont reliées à un logiciel d'acquisition afin de contrôler la prise d'images. Les systèmes sont éclairés par un panneau de rétroéclairage en diode électroluminescente avec une surface d'émission 100×100 mm (Stemmer Imaging, Royaume-Uni).

Une caméra rapide CamRecord 600 (Optronis GmbH, Allemagne) est principalement utilisée pour visualiser les interactions entre des bulles et des granules de boue ainsi que la coalescence des bulles dans un réacteur 2D. Elle peut atteindre une fréquence d'enregistrement de 500 images par seconde (fps) en résolution maximale de 1280×1024 pixels. Au cours de ce travail, les vitesses d'obturation et de prise d'image sont respectivement de 2 ms et 200 fps.

Le phénomène de l'impact d'une bille étant plus rapide, une caméra rapide Phantom v711 (Vision Research, États-Unis) qui permet d'augmenter la vitesse de prise d'images est utilisée. Sa résolution maximale est de 1280×800 pixels et la fréquence est de 7500 fps en pleine résolution. La vitesse de prise d'image est montée à 10000 fps et la vitesse d'obturation est baissée à 20  $\mu$ s.

### **2.2.3 Analyse d'image**

Les images obtenues avec la caméra rapide Phantom v711 sont analysées à l'aide d'un programme Matlab (R2012a, version 7.14.0.739). Ce programme permet de déterminer le mouvement de la position d'une bille lors de son impact avec la boue digérée. L'image à analyser, en niveau de gris, est d'abord transformée en une image binaire par application d'un seuil défini approprié, l'intérieur de la bille étant rempli par la même couleur que les bords. La position du sommet de la bille est ensuite détectée (passage d'un pixel blanc à un pixel noir). Enfin, le mouvement de la bille en fonction du temps est obtenu en utilisant le rapport pixel/mm déterminé au préalable par étalonnage. La vitesse et l'accélération de la bille en fonction du temps sont ensuite calculées.

### **2.2.4 Rhéomètre**

Les mesures de rhéologie ont été réalisées en utilisant deux rhéomètres : AR-G2 (TA Instruments, États-Unis) et ARES (TA Instruments, États-Unis). En fonction des mesures à effectuer et des paramètres à déterminer, différentes géométries sont appliquées :

- Double couette : il est approprié à la mesure précise de viscosité pour des liquides assez peu visqueux. Il est utilisé pour mesurer la viscosité des solutions de polymères et calibrer le ruban hélicoïdal fabriqué à l'atelier.

- Plan-plan en parallèle : il est adapté à la mesure de viscosité des matières pâteuses. Il s'agit notamment des boues digérées hautement concentrées dans ce travail.

- Ruban hélicoïdal : il convient à la mesure de viscosité des suspensions puisque cette dernière reste homogène. Il permet de limiter le risque de désintégration des granules de boue qui sont fragiles et sensibles au fort cisaillement.

### **2.2.5 Mesure de la tension superficielle**

La technique pour la mesure de tension superficielle utilisée ici est une méthode optique d'observation des ménisques symétriques, dite la goutte pendante. Les mesures sont effectuées par un tensiomètre (IT Concept, France) doté d'un logiciel Windrop. Une bulle de biogaz est formée à l'extrémité de l'aiguille d'une seringue dans la solution de glucose et bicarbonate de sodium. La bulle est montante dans une aiguille recourbée à 180°. Une source lumineuse éclaire la bulle dont le profil est détecté à l'aide d'une caméra. La tension superficielle est alors déterminée en comparant ce profil avec un profil calculé à partir de l'équation de Young-Laplace et du bilan de forces s'exerçant sur la bulle. Cette méthode est assez précise mais nécessite un dispositif optique performant pour limiter les sources d'erreurs. On a utilisé une aiguille en inox de 0,6 mm de diamètre plutôt que celle de 1 mm de diamètre, car un diamètre d'aiguille plus petit permet d'obtenir une meilleure précision de mesure.

### **2.2.6 Masse volumique des boues granulaires**

Les boues granulaires sont placées dans des solutions de glycérol de différentes concentrations et dont les masses volumiques ont préalablement été déterminées à l'aide de densimètres. Lorsque le granule de boue placé dans une solution appropriée reste en équilibre dans la solution sans sédimenter ni flotter, on peut alors penser que sa masse volumique est égale à celle de la solution.

### **2.2.7 Pénétrromètre**

Un pénétrromètre (Instron, États-Unis) constitué d'une aiguille cylindrique de 3 mm de diamètre et d'un capteur de force dans la plage de 0 à 10 N est utilisé afin de mesurer la

résistance mécanique d'un seul granule de boue et des boues digérées. La valeur moyenne de la résistance mécanique est obtenue en sélectionnant au hasard une trentaine de granules, et dans le cas des boues digérées en répétant une vingtaine de fois les mesures d'échantillons similaires de ces boues digérées.

## 2.2.8 Autres appareils de mesure

Les boues digérées sont séchées dans un four (Memmert, Allemagne) à 105°C durant 24 heures afin de calculer la concentration en solide. Le pH est mesuré en utilisant une électrode pH à l'aide d'un pHmètre (Consort, Belgique). Le biogaz produit est analysé par chromatographie en phase gazeuse (Varian, États-Unis) pour connaître la teneur en méthane et en dioxyde de carbone.

## 2.3 Informations supplémentaires

### 2.3.1 Propriétés des fluides

Les valeurs des viscosités mesurées de l'huile minérale d'une part en utilisant le ruban hélicoïdal et d'autre part avec la géométrie double Couette sont quasiment similaires (Figure 2.5), ce qui permet de démontrer la fiabilité du ruban hélicoïdal et de valider les mesures de viscosité réalisées avec ce dispositif dans les expériences suivantes.

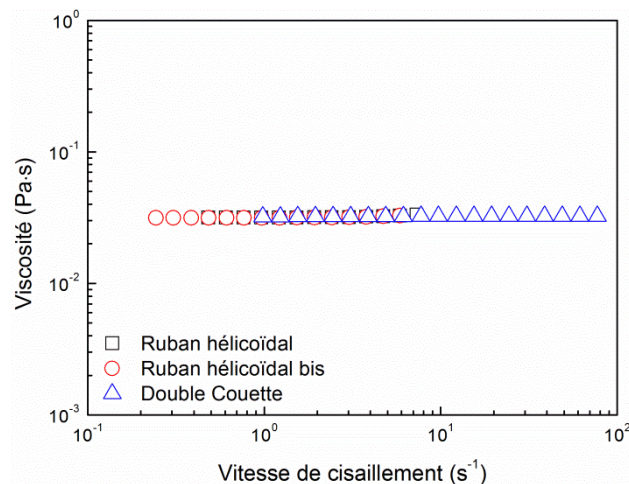


Figure 2.5. Viscosité de l'huile minérale destinée à la calibration du ruban hélicoïdal.

Différents liquides sont utilisés lors de la détermination de la constante de Metzner-Otto (Figure 2.6). La solution aqueuse de titre volumique 84% en glycérol est un fluide newtonien et sa masse volumique est de 1182 kg/m<sup>3</sup>. Les solutions aqueuses à 0,3% (en masse) de Polyacrylamide (SNF Floerger, France) et à 0,5% (en masse) de gomme de Xanthane (Sigma-

Aldrich, États-Unis), dont les masses volumiques sont proches de celle de l'eau, sont des fluides non-newtoniens, ayant un comportement rhéofluidifiant caractérisé par des indices d'écoulement respectifs de 0,37 et 0,50. Dans la gamme des vitesses de cisaillement balayées obtenues par le rhéomètre (approximativement  $1 < \dot{\gamma}(\text{s}^{-1}) < 100$ ) qui couvrent celles obtenues ultérieurement dans la cuve agitée, la viscosité peut être correctement représentée par une loi de puissance avec un coefficient de consistance de  $0,93 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$  pour la solution de Polyacrylamide et de  $0,69 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$  pour la solution de Xanthane.

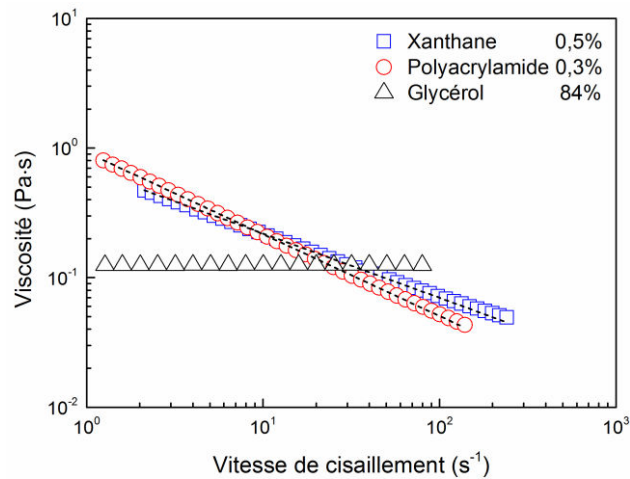


Figure 2.6. Courbes d'écoulement des liquides utilisés.

### 2.3.2 Origine des boues

Dans cette étude, deux types de boues sont utilisées dans nos expériences : des boues granulaires et des boues digérées. Les boues granulaires sont collectées dans un réacteur EGSB pour traiter de l'eau usée provenant de l'industrie de l'amidon en Chine. Elles sont cultivées au laboratoire dans une solution de glucose et de bicarbonate de sodium. La composition du substrat est déjà décrite dans nos travaux précédents (Zhang et al., 2011). Leur masse volumique est d'environ  $1027\sim 1032 \text{ kg/m}^3$ , légèrement plus importante que celle de l'eau. La masse de granule humide individuelle varie de 4,5 à 6,5 mg et sa teneur en humidité est d'environ 12%. Les boues digérées proviennent d'un digesteur anaérobie mésophile à la station d'épuration de Nancy. Elles sont progressivement concentrées par une centrifugeuse (Beckman Coulter, États-Unis) disponible au LRGP pour obtenir différentes concentrations en solide.

### **2.3.3 Essai du tapioca**

Avant de travailler avec les boues granulaires dans le réacteur 3D, des essais ont été réalisés en utilisant le tapioca pour simuler la phase solide. C'est une fécule en forme de granule hétérogène de 3 mm de diamètre environ, proche de celui du granule de boue. Le choix des granules de tapioca est lié d'une part à leur transparence, et d'autre part à la diminution de leur masse volumique lorsqu'ils sont mouillés partiellement. La transparence du milieu liquide-solide ainsi obtenu permet d'utiliser, en maquette froide, les techniques de mesure optiques, ce qui ne peut être réalisé en maquette chaude du fait de l'opacité liée à la présence du biofilm. Ces particules sont préalablement préparées avant leur introduction dans le réacteur 3D. Elles sont d'abord trempées dans l'eau bouillante pendant deux minutes puis dans l'eau froide pour les refroidir. Ces expériences n'ont cependant pas pu se poursuivre du fait de l'impossibilité d'expansion du lit aux débits de liquide et de gaz utilisés correspondant à la gamme de vitesses habituellement rencontrées dans les industries destinées au traitement anaérobie des eaux industrielles. Cela est dû d'une part à l'aspect visqueux et mou de ces particules de tapioca mouillées qui colmatent le distributeur de gaz et, d'autre part, au fait qu'elles ne soient pas poreuses contrairement aux boues granulaires, et par conséquent à leur masse volumique plus importante que celle des boues granulaires. Ces problèmes nous ont ainsi incités à abandonner le tapioca et à utiliser les boues granulaires malgré l'opacité du milieu.



## Chapitre 3. Hydrodynamique dans le réacteur IC

Une étude consacrée aux caractéristiques hydrodynamiques dans un réacteur anaérobie à recirculation externe avec écoulement ascendant de gaz et de liquide a été réalisée dans un premier temps dans le but d'améliorer les performances de ce type de réacteur triphasique complexe. Elle a été menée en maquette froide en se basant sur une méthode multi-échelle, dans un réacteur 3D et un réacteur 2D. Nous allons nous attacher ici à aborder l'effet des trois phases sur la vitesse de circulation, ainsi que les champs de vitesse et de cisaillement dans la descente et dans la zone de réaction. Ensuite, l'interaction entre des granules et des bulles, ainsi que la coalescence des bulles sont visualisées. Enfin, des mesures de rhéologie de la suspension de boues granulaires ont été réalisées pour différentes concentrations de la suspension et différentes températures.

### 3.1 Etude du réacteur 3D

Dans les réacteurs IC industriels, le comportement hydrodynamique dépend essentiellement de la circulation interne du liquide. Le débit de ce liquide circulant (qui peut atteindre jusqu'à plusieurs fois celui à l'entrée) crée d'une part un effet de dilution permettant d'améliorer la capacité de résistance à une grande variation de charge organique (particulièrement dans le cas de substances toxiques), et d'autre part permet de maintenir la stabilité du pH, ce qui présente l'avantage de réduire la consommation de base ajoutée. Ces deux avantages sont également favorables dans le réacteur compartimenté (Ji et al., 2012). Dans le but de mieux comprendre le comportement hydrodynamique, les facteurs influant sur la circulation interne sont étudiés dans un réacteur IC à l'échelle du laboratoire en utilisant le système PIV. Les expériences décrites ci-dessous ont été réalisées en maquette froide avec le système eau-gaz ou eau-gaz-granules. Dans ce dernier cas, la masse des granules a été déterminée avant leur introduction dans le réacteur. Les valeurs obtenues pour la vitesse de circulation du liquide ont été moyennées sur au moins trois champs de vitesses instantanés.

Les débits d'azote entrant pour simuler le biogaz produit étant faibles, les taux de rétention de gaz le sont aussi et n'ont de ce fait pu être mesurés par la technique du profil axial de pression. Par ailleurs, l'opacité du système gaz-liquide et les problèmes de reflets n'ont pas permis de réaliser ces mesures par la caméra rapide. L'interprétation des résultats sera donc basée sur les vitesses superficielles de gaz plutôt que sur le taux de rétention de gaz.

### 3.1.1 Vitesse de circulation du liquide

Les bulles de gaz, le liquide et les granules de boue contribuent ensemble à la circulation interne, en particulier, à cause des interactions complexes au sein du réacteur anaérobie. La vitesse de circulation du liquide mesurée dans la jambe de descente en utilisant le système PIV augmente avec la vitesse superficielle du gaz, que ce soit en absence ou en présence de granules de boue (Figure 3.1). Cette tendance est logique puisque la vitesse de circulation du liquide est intimement liée au taux de rétention de gaz dans la montée qui augmente avec la vitesse superficielle du gaz (Olivieri et al., 2011). En effet, à une hauteur donnée, la différence de pression entre la montée et la descente, est d'autant plus grande que le taux de rétention croît dans la montée du réacteur.

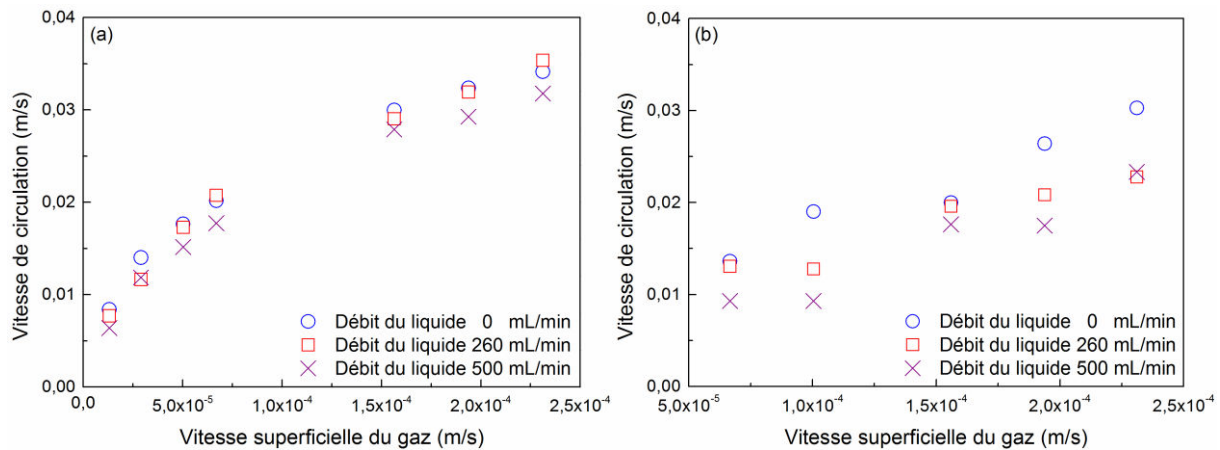


Figure 3.1. Vitesse de circulation moyenne du liquide en absence (a) et en présence (b) de granules de boue en fonction de la vitesse superficielle du gaz aux différents débits de liquide à l'entrée du réacteur.

Contrairement à ce qui se passe avec la vitesse superficielle du gaz, la vitesse de circulation du liquide diminue très faiblement lorsque le débit de liquide à l'entrée du réacteur croît. Ce résultat opposé était prévisible puisque la vitesse superficielle du liquide dans le premier étage lorsque le débit de liquide à l'entrée croît ; ce qui induit une augmentation de la vitesse des bulles et par conséquent une diminution du taux de rétention de gaz dans la montée. La faible variation de la vitesse de circulation du liquide avec le débit de liquide entrant est due, en fait, à la faible variation du taux de rétention de gaz dans le premier étage et la montée, lorsque le débit de liquide entrant augmente.

Pour comparer l'effet de la présence de granules de boue sur la vitesse de circulation de la phase liquide, les résultats précédents sont regroupés sur la Figure 3.2. Cette dernière montre que la vitesse de circulation du liquide mesurée en l'absence de granules est plus importante



que celle en présence de granules. En présence de granules de boues, la vitesse de circulation du liquide dépend non seulement des débits de gaz et de liquide mais aussi du comportement du lit de granules et de la perte de charge du lit.

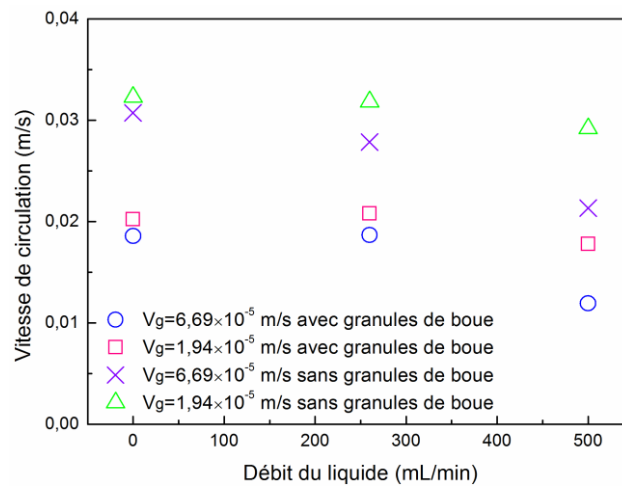


Figure 3.2. Vitesse de circulation du liquide en absence et en présence de granules de boue en fonction des débits de liquide aux différentes vitesses superficielle de gaz.

En effet, le lit de granules de boues peut être supporté par le gaz et par le liquide. Lorsque les débits de liquide et de gaz à l'entrée du réacteur sont faibles, le lit de granules est fixe ; mais, à partir d'un certain débit d'entrée, il se fluidise. Ainsi, en présence de granules et pour de faibles débits de liquide et de gaz à l'entrée, le lit de granules est fixe sans expansion et les bulles de gaz empruntent un chemin préférentiel à travers le lit fixe (phénomène analogue au renardage observé dans les lits fluidisés gaz-solide). Les bulles qui traversent le lit fixe de granules ont tendance à coalescer et la taille des bulles résultantes est plus importante. La rétention de gaz diminue du fait de l'augmentation de la vitesse des bulles, entraînant ainsi une diminution de la vitesse de circulation du liquide en présence de boues. Il est à noter que dans les réacteurs industriels, ce type d'écoulement de gaz à travers le lit fixe de granules n'existe qu'en début d'opération. C'est-à-dire au démarrage lorsque le biogaz n'est pas encore produit et que la vitesse minimale de biogaz nécessaire à la mise en suspension des boues n'est pas atteinte. Dès que cette dernière est suffisante, le lit devient expansé puis fluidisé (Figure 3.3). Par ailleurs, en présence de solide, les frottements dans le lit fixe augmentent progressivement lorsque le débit de liquide augmente et ce jusqu'à la fluidisation du lit où la perte de charge devient alors constante. Ainsi, l'augmentation de ces frottements en présence de granules contribue aussi à la diminution de la vitesse de circulation du liquide. On peut conclure, compte tenu de nos résultats, que la vitesse de circulation du liquide est davantage

affectée par la vitesse de la phase gazeuse que par la présence de la phase solide et la vitesse de la phase liquide, l'influence de cette dernière étant la plus faible.

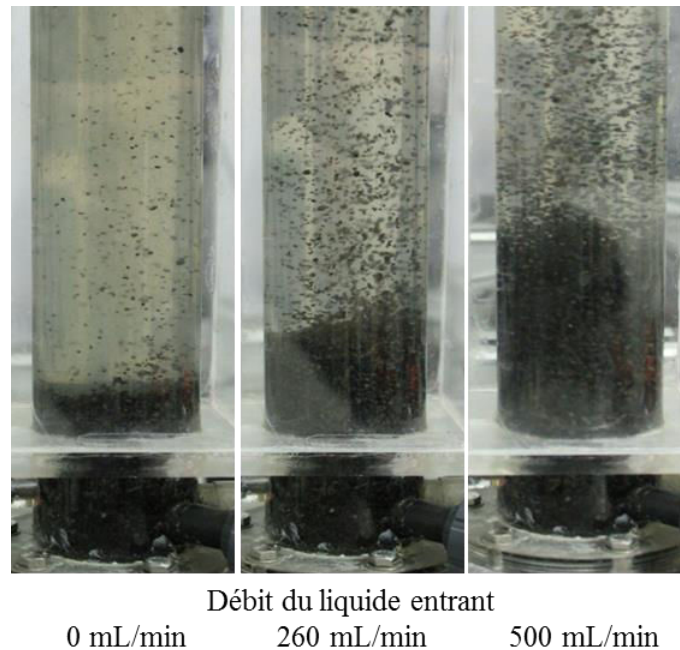


Figure 3.3. Expansion du lit de granules aux différents débits de liquide pour une vitesse superficielle de gaz de  $10^{-4}$  m/s.

### 3.1.2 Champ de vitesse et de cisaillement dans la descente

Bien que les vitesses superficielles des phases liquide et gazeuse soient des paramètres hydrodynamiques essentiels dans un réacteur à échelle industrielle, ils ne permettent pas pour autant de décrire le comportement hydrodynamique complexe, notamment les interactions entre les trois phases. Certaines informations locales telles que la présence de zones mortes, la vitesse de cisaillement subie par les granules de boue dans ce type de réacteur ne sont pas connues à travers ces paramètres globaux. La technologie PIV s'est révélée être un outil puissant pour caractériser les conditions hydrodynamiques locales dans un réacteur. Au sein de ce type de réacteur, il y a une coexistence des circulations de liquide à la fois locale et globale. La vitesse d'écoulement ascendant globale de la phase liquide est plus faible que celle locale engendrée par l'ascension des bulles. Des vitesses de cisaillement moyennes importantes, de l'ordre de  $30 \sim 40 \text{ s}^{-1}$ , ont été estimées dans un réacteur IC industriel ; elles sont attribuées aux vitesses superficielles de gaz très importantes dans ces réacteurs (Pereboom & Vereijken, 1994).

Les vitesses de liquide locales sont mesurées par PIV au milieu de la jambe de descente du réacteur pour différentes vitesses de gaz. Un exemple de champ de vitesse de la phase liquide est représenté sur la figure 3.4. Les résultats de vitesses locales obtenus sur cette section de mesure exprimés en termes de vitesse normée par la vitesse maximale au centre sont reportés sur la figure 3.5 en fonction de la position radiale sur cette section de mesure. Le profil de vitesses parabolique obtenu montre que le régime d'écoulement est laminaire dans la jambe de descente. Les écarts obtenus pour les différents débits du liquide entrant semblent insignifiants sauf près des parois de la descente où les erreurs de mesure sont plus importantes du fait certainement des problèmes de réflexion de ces parois.

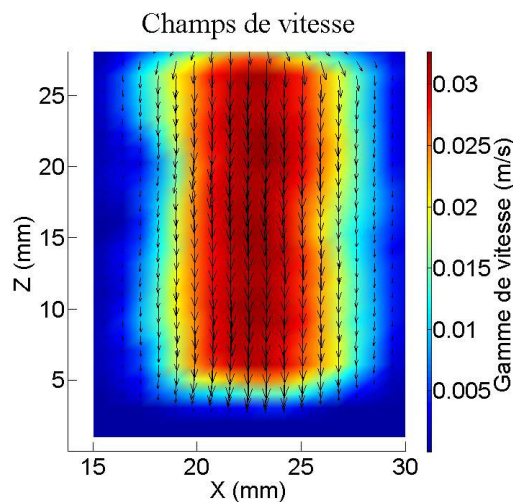


Figure 3.4. Champ de vitesse de la phase liquide pour un débit de liquide à l'entrée de 260 mL/min, une vitesse superficielle de gaz de  $10^{-4}$  m/s et une concentration de granules de 10 gMES/L.

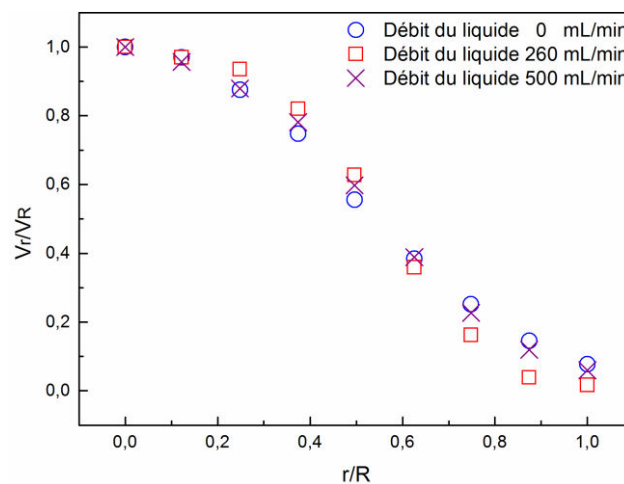


Figure 3.5. Vitesse de circulation normée en fonction du rayon normé en présence de granules, pour une vitesse superficielle du gaz de  $1,56 \times 10^{-4}$  m/s.

Le nombre de Reynolds basé sur la vitesse moyenne dans la jambe de descente et défini par la relation ci-dessous a été calculé pour les différents débits des phases liquide et gazeuse aussi bien en l'absence qu'en présence de granules de boue :

$$Re = \rho v d / \mu \quad (3.1)$$

où  $\rho$  est la masse volumique du liquide,  $v$  la vitesse moyenne du liquide dans la jambe de descente,  $d$  le diamètre intérieur de la descente,  $\mu$  la viscosité dynamique du liquide. Les résultats rapportés dans le Tableau 3.1 montrent que le régime est laminaire pour toutes les conditions opératoires considérées, le nombre de Reynolds maximal étant de 455, plus faible que le seuil de 2100 dans un tube vide.

Tableau 3.1. Nombre de Reynolds obtenu aux différents débits de gaz et de liquide en absence et en présence de granules de boue dans la descente.

Vitesse du gaz m/s	Débit du liquide entrant en absence de granules de boue			Débit du liquide entrant en présence de granules de boue 10 gMES/L		
	0 mL/min	260 mL/min	500 mL/min	0 mL/min	260 mL/min	500 mL/min
$3,81 \times 10^{-5}$	115,92	159,54	146,32	203,99	195,08	139,54
$6,68 \times 10^{-5}$	158,76	204,42	200,78	286,36	192,76	139,01
$1,56 \times 10^{-4}$	236,77	306,42	312,84	301,01	294,64	264,59
$1,94 \times 10^{-4}$	241,29	316,85	311,92	395,23	312,34	262,29
$2,31 \times 10^{-4}$	254,49	331,19	330,46	455,00	342,29	350,02

A partir des champs de vitesse détaillés, il est possible de calculer le champ de cisaillement ainsi que la valeur moyenne de la vitesse de cisaillement. Cette valeur moyenne obtenue est légèrement sous-estimé par rapport à la valeur théorique calculée par l'équation  $\dot{\gamma} = 4\bar{v}/d$ . La vitesse de cisaillement n'est de toute évidence pas homogène sur la section de la descente. Si elle est négligeable au centre, sa valeur est maximale à proximité de la paroi. Les résultats relatifs à l'effet de la vitesse de circulation globale du liquide sur la vitesse de cisaillement obtenus dans les réacteurs 3D et 2D sont présentés sur la figure 3.6. L'existence de la relation linéaire entre la vitesse de cisaillement moyenne et la vitesse de circulation moyenne du liquide dans ces deux réacteurs révèle que le cisaillement augmente avec la vitesse de circulation moyenne dans une certaine mesure.

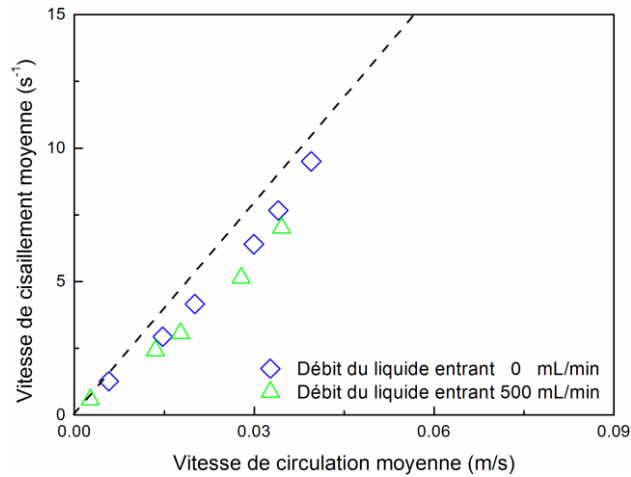


Figure 3.6. Vitesse de cisaillement moyenne en fonction de la vitesse de circulation moyenne dans les réacteurs 3D pour différents débits de liquide entrant (Ligne en pointillé représente la valeur moyenne théorique de la vitesse de cisaillement).

### 3.1.3 Champ de vitesse au premier étage

Dans le premier étage du réacteur, l'écoulement est plus complexe que celui dans la jambe de descente du fait de l'agitation de la phase liquide lors du passage des bulles. L'emplacement des boucles de recirculation de liquide induites par le passage des bulles de gaz dépend de la position des bulles qui varie dans le temps et dans l'espace. De ce fait, les phénomènes de cisaillement subis par les granules de boue sont intimement liés à l'écoulement des phases gaz et liquide. La vitesse du liquide au voisinage des bulles est accélérée et les granules en suspension dans la phase liquide sont donc cisailés par le liquide. Le cisaillement subi par ces granules peut affecter la morphologie de ces derniers et par conséquent le transfert du substrat en maquette chaude donc la production de biogaz aussi.

La comparaison des champs de vitesse obtenus dans le premier étage pour un débit de gaz donné montre qu'à débit de liquide entrant nul, les vitesses de liquide importantes sont localisées dans une région étroite correspondant au passage des bulles, les vitesses de liquide étant négligeables dans les autres régions (Figure 3.7). En présence de débit de liquide à l'entrée, la vitesse du liquide dans le réacteur augmente et l'écoulement convectif axial s'en trouve ainsi renforcé. L'écoulement du liquide est de ce fait plus stable et la région précédente correspondant aux grandes vitesses devient plus étendue. Ceci se traduit par une distribution de vitesses de liquide plus homogène comme le montre la figure 3.8. Des vitesses de liquide descendantes sont aussi observées au niveau des boucles de circulation formées par le passage des bulles.

Dans le réacteur 3D, les mesures de champ de vitesse de liquide sont approximatives du fait de la diminution de la transparence du milieu, liée à la présence de granules dans cet étage. L'écoulement étant complexe, il n'est pas aisé de quantifier simultanément l'effet des divers paramètres. Ainsi, il est nécessaire de mener à bien une étude approfondie en isolant chaque facteur d'impact avec une mesure adéquate de champ de vitesse par PIV. Pour ce faire, une série d'expériences est réalisée dans un réacteur 2D.

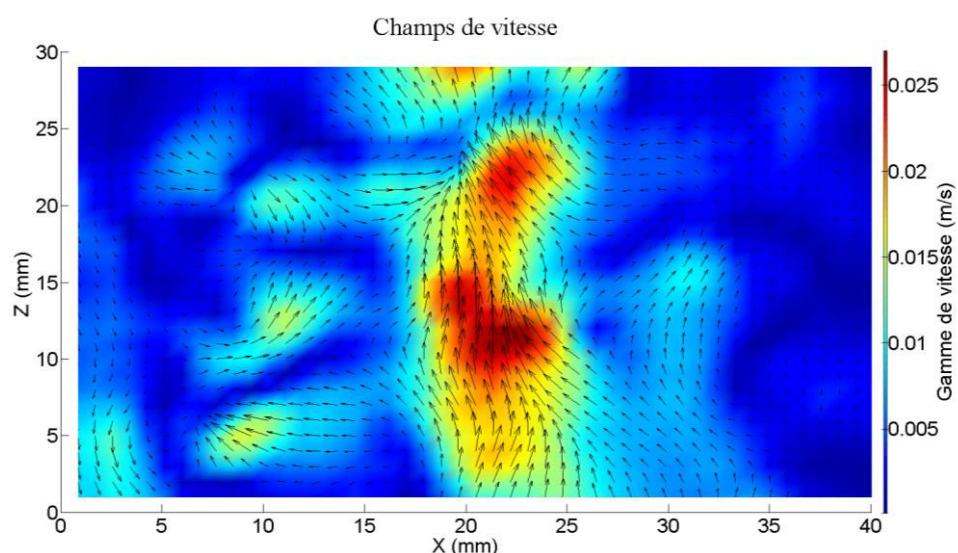


Figure 3.7. Champ de vitesse de la phase liquide au premier étage du réacteur 3D pour un débit de liquide nul à l'entrée, une vitesse superficielle du gaz de  $10^{-4}$  m/s et une concentration de granules de 10 gMES/L.

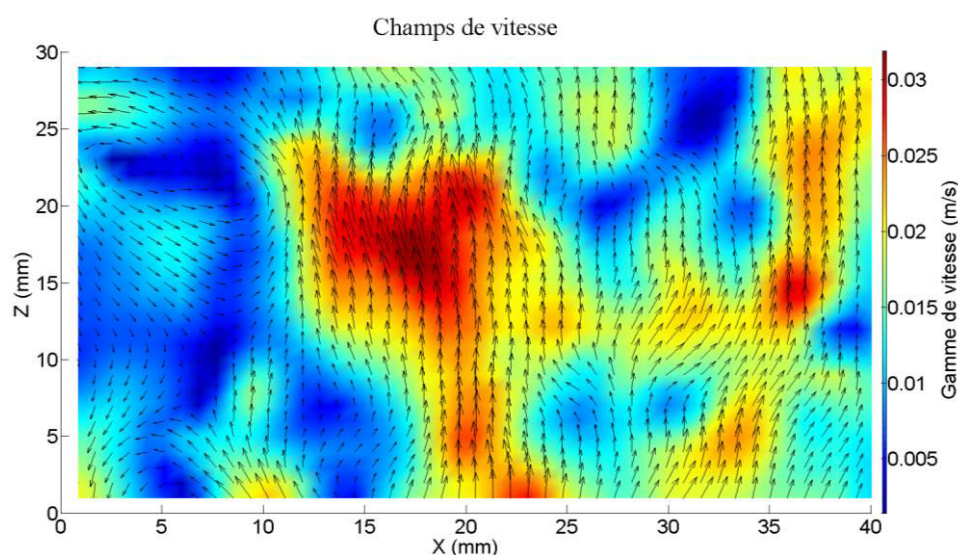


Figure 3.8. Champ de vitesse au premier étage du réacteur 3D pour un débit de liquide à l'entrée de 260 mL/min, une vitesse superficielle du gaz de  $10^{-4}$  m/s et une concentration de granules de 10 gMES/L.

## 3.2 Etude du réacteur 2D

### 3.2.1 Effet de la taille des bulles

Des expériences analogues aux précédentes ont été réalisées dans un réacteur 2D en utilisant là encore la technologie PIV. Pour toutes les expériences, le débit du liquide entrant est fixé à 17,3 mL/min, ce qui correspond à une vitesse en fût vide de  $3,06 \times 10^{-4}$  m/s. Les vitesses de cisaillement moyennes ont été déterminées à partir de champs de vitesse obtenus pour différentes vitesses superficielle de gaz. Les résultats rapportés sur la Figure 3.9a montrent que la vitesse de cisaillement moyenne au sein du réacteur augmente continument avec la vitesse superficielle du gaz. Ce résultat est logique puisque la taille et le nombre de bulles produites augmentent lorsque la vitesse superficielle de gaz croît, conduisant ainsi à une augmentation de la vitesse locale du liquide et par conséquent à une vitesse de cisaillement moyenne plus élevée.

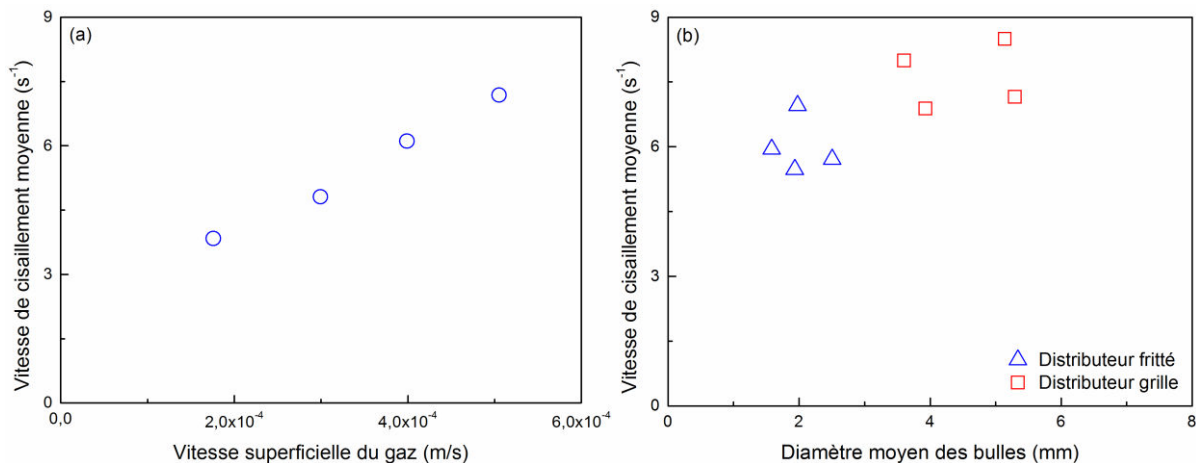


Figure 3.9. Vitesse de cisaillement moyenne en fonction de la vitesse superficielle du gaz (a) et du diamètre moyen des bulles issues de deux distributeurs différents à une vitesse superficielle du gaz de  $9,61 \times 10^{-4}$  m/s (b).

Deux différents distributeurs de gaz sont utilisés afin de générer des bulles de taille moyenne différente à vitesse superficielle de gaz fixée. Le distributeur fritté qui permet d'engendrer de petites bulles est choisi pour simuler les bulles de biogaz qui se détachent après leur nucléation et qui sont situées au fond du réacteur industriel. Le choix du distributeur de type grille est basé sur l'obtention de bulles de taille plus importante permettant de simuler celles obtenues après coalescence au milieu du réacteur industriel. Ceci permettra ainsi de mieux comprendre l'effet de la taille des bulles sur la vitesse de cisaillement moyenne. Des bulles de gaz de différente taille moyenne ont été obtenues avec ces deux distributeurs en modifiant le

débit de gaz et la vitesse de cisaillement moyenne a été estimée pour chacun de ces débits. Les résultats ainsi obtenus sont rapportés sur la figure 3.9b qui montre, pour les deux distributeurs utilisés et la gamme des vitesses superficielles de gaz testée, une étroite relation entre la vitesse de cisaillement moyenne et le diamètre moyen des bulles. Ces résultats confirment que le mouvement relatif entre les bulles et le liquide est déterminant pour la vitesse de cisaillement exercée sur des granules de boue en suspension dans des réacteurs gaz-liquide-solide à écoulement ascendant et fonctionnant avec une faible vitesse superficielle du liquide.

Par ailleurs, les résultats obtenus montrent une faible influence des petites bulles de diamètre inférieur à 1 mm sur le champ de vitesse et de cisaillement, bien que la précision des mesures soit aussi plus faible avec des petites bulles. En effet, les quatre bulles de diamètres respectifs de 0,82 ; 0,85 ; 0,86 et 0,88 mm, en ascension au milieu du réacteur, n'ont pas un effet significatif sur le champ de vitesse (Figure 3.10) et la vitesse de cisaillement locale est pratiquement inférieure à  $5 \text{ s}^{-1}$  partout. Par contre, les grosses bulles de diamètre supérieur à 2 mm affectent effectivement le champ de vitesse et de cisaillement du fait de leur importante vitesse ascensionnelle. Cependant on peut noter qu'une analyse plus fine et plus détaillée est difficile à faire notamment à cause d'éventuelles interactions entre, d'une part, le champ de vitesse local autour d'une bulle donnée et, d'autre part, le sillage laissé par la bulle qui la précède.

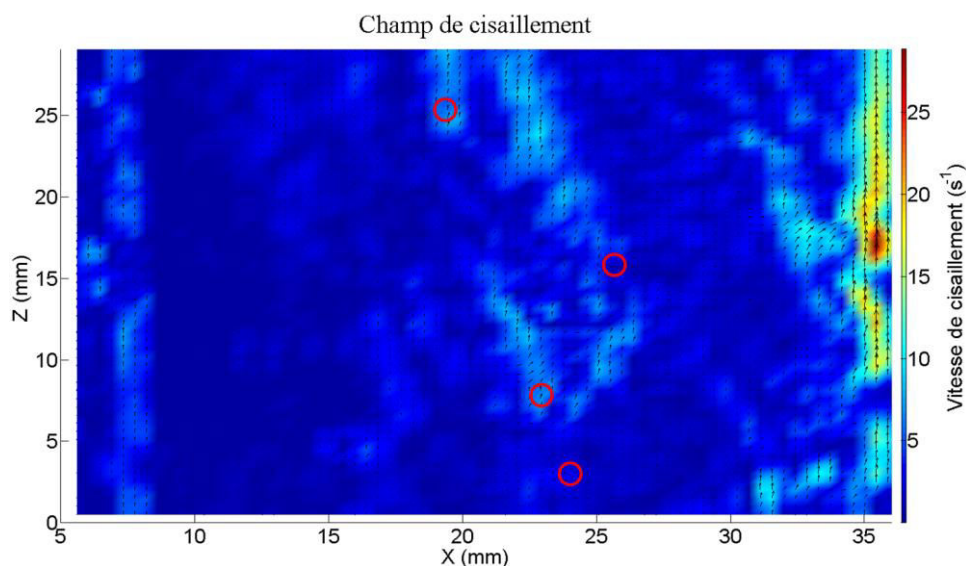


Figure 3.10. Champ de vitesse au sein du réacteur 2D obtenu pour quatre petites bulles de diamètre inférieur à 1 mm.



### 3.2.2 Champ de cisaillement

Les mesures de champ de vitesse réalisées par PIV ont par ailleurs permis de quantifier la vitesse de cisaillement exercée sur des granules dans le réacteur 2D fonctionnant en milieu triphasique gaz-liquide-granules. Les calculs réalisés pour des granules dont la position est marquée par une croix sur la figure 3.11 conduisent à des vitesses de cisaillement maximales autour des granules comprises entre 10 et 20  $s^{-1}$ . Ces valeurs sont plus élevées que la valeur moyenne de la vitesse de cisaillement qui est comprise entre 5 et 10  $s^{-1}$ . Dans un réacteur industriel, une vitesse de cisaillement élevée à la surface des granules favorise le transfert du substrat de la phase liquide vers les granules de boue à condition que la structure interne de ces granules ne soit pas influencée par la vitesse de cisaillement. Dans un réacteur industriel où la hauteur est plus importante que le réacteur de laboratoire, on pourrait s'attendre à des vitesses de cisaillement plus élevées que celles que nous avons obtenues dans le réacteur de laboratoire. En effet, la coalescence des bulles y sera favorisée et par conséquent la taille de bulles sera logiquement plus importante.

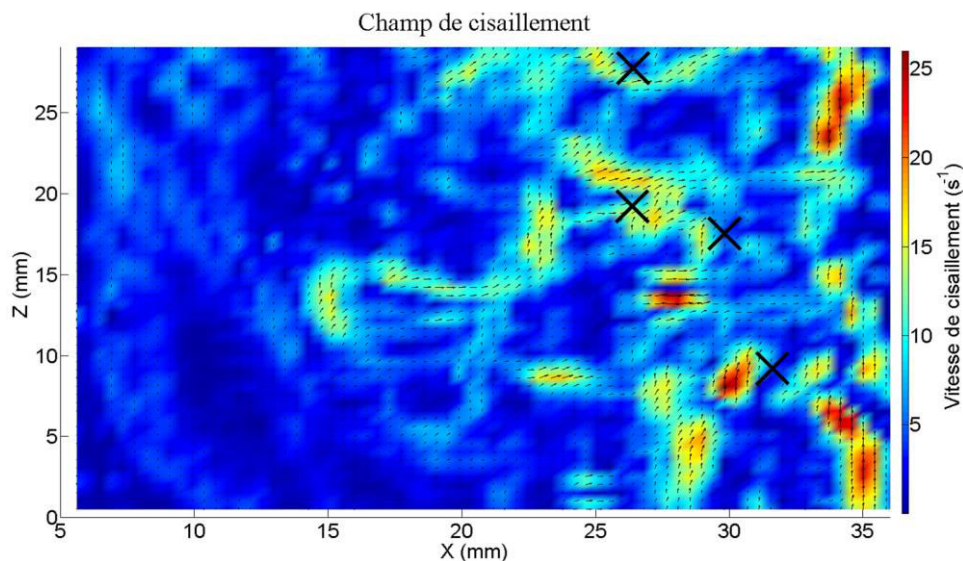


Figure 3.11. Champ de cisaillement au sein du réacteur 2D.

### 3.2.3 Interaction entre les granules et les bulles

A partir des observations ci-dessus, les mécanismes suivants sont susceptibles de se produire dans un réacteur industriel avec un écoulement ascendant de gaz et de liquide. Au fond du réacteur, les petites bulles de biogaz se détachent des granules après nucléation et croissance. Ces bulles induisent de faibles vitesses de cisaillement compte tenu de leur taille. Lors de l'ascension de ces petites bulles de biogaz, des coalescences consécutives se produisent le

long du réacteur et l'on obtient des bulles de taille plus importante qui favorisent la formation de boucles de recirculation augmentant ainsi la vitesse de cisaillement du liquide. Le cisaillement exercé sur des granules de boue dans le réacteur est en réalité lié à la vitesse locale du liquide qui dépend elle-même de l'écoulement local et des caractéristiques de la phase gaz. Il sera ainsi affecté par de diverses interactions bulles-liquide-granules de boue. Il est donc intéressant d'avoir un aperçu des phénomènes de coalescence et, en particulier, de visualiser et de localiser des zones du réacteur dans lesquelles les phénomènes de coalescence sont favorisés. Par rapport au réacteur 3D dans lequel on doit se contenter de la détermination des paramètres à macro-échelle, le réacteur 2D offre l'opportunité de travailler à méso-échelle dans la mesure où on peut visualiser, à l'aide de la caméra rapide dans notre cas, les interactions complexes entre les granules et les bulles et surtout les phénomènes de coalescence des bulles. Plusieurs scénarios intéressants sont observés concernant l'interaction entre des granules de boue et des bulles, ainsi que la coalescence des bulles.

On peut en effet constater qu'à partir des images suivantes, le contact bulle-granule ainsi que le temps de contact bulle-granule sont influencés par l'écart entre la taille de la bulle et celle du granule de boue au contact de la bulle. On peut ainsi répertorier trois types de contact selon l'écart entre les diamètres de la bulle et du granule : écart de taille important, la bulle étant plus grosse ; écart quasi nul correspondant à des tailles de bulle et de granule du même ordre de grandeur et écart important avec une taille de bulle plus faible que celle du granule. La taille de la bulle détermine sa vitesse.

Dans le cas des grosses bulles, la quantité de mouvement de la bulle est prépondérante et le temps de contact bulle-granule au cours de l'ascension de la bulle est par conséquent plus court. Ainsi, le granule de boue subit généralement une rotation tandis que la bulle peut être déformée momentanément (Figure 3.12).

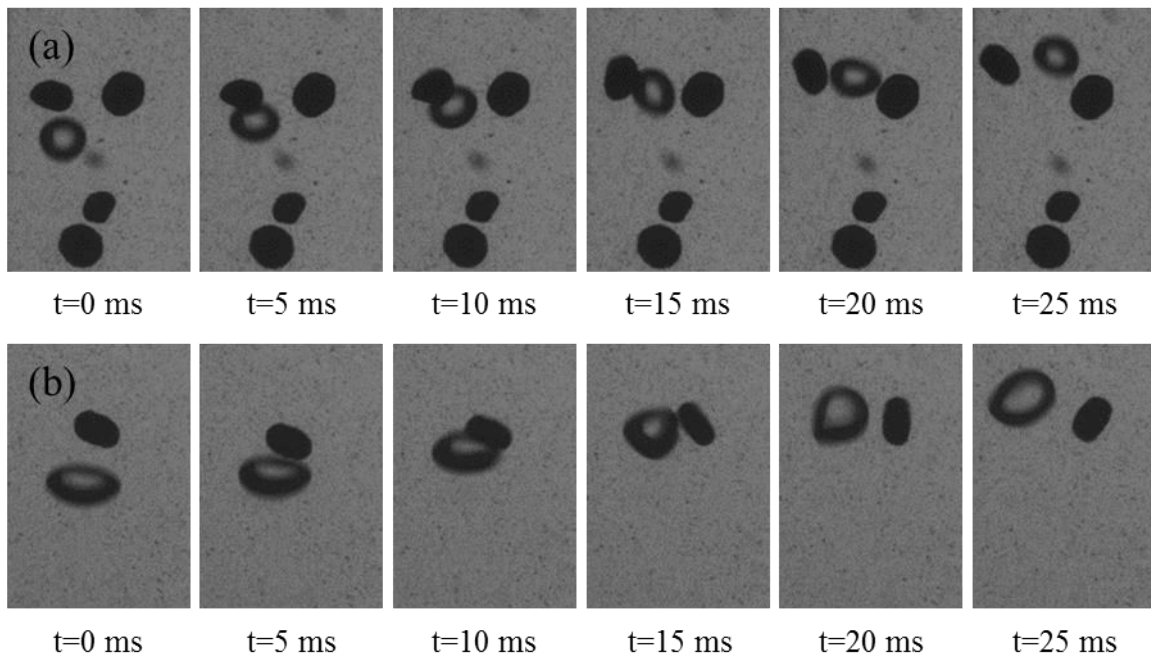
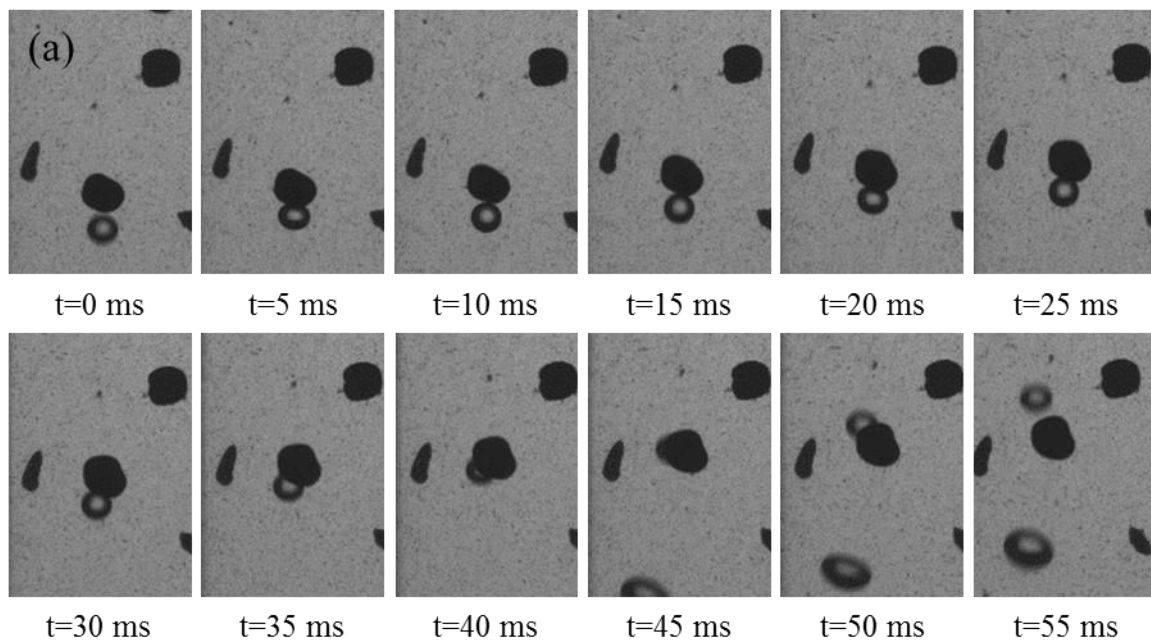


Figure 3.12. Deux séries d'expériences (a) et (b) sur le contact entre une grosse bulle et un petit granule de boue.

Pour des tailles de bulle et de granule de boue équivalentes, deux cas peuvent se présenter :

- La bulle reste au contact et coincée sous le granule de boue (Figure 3.13a) ; le temps de contact bulle-granule est relativement long dans ce cas.
- La bulle contourne le granule et change de direction (Figure 3.13b), ce qui se traduit par un temps de contact plus court.



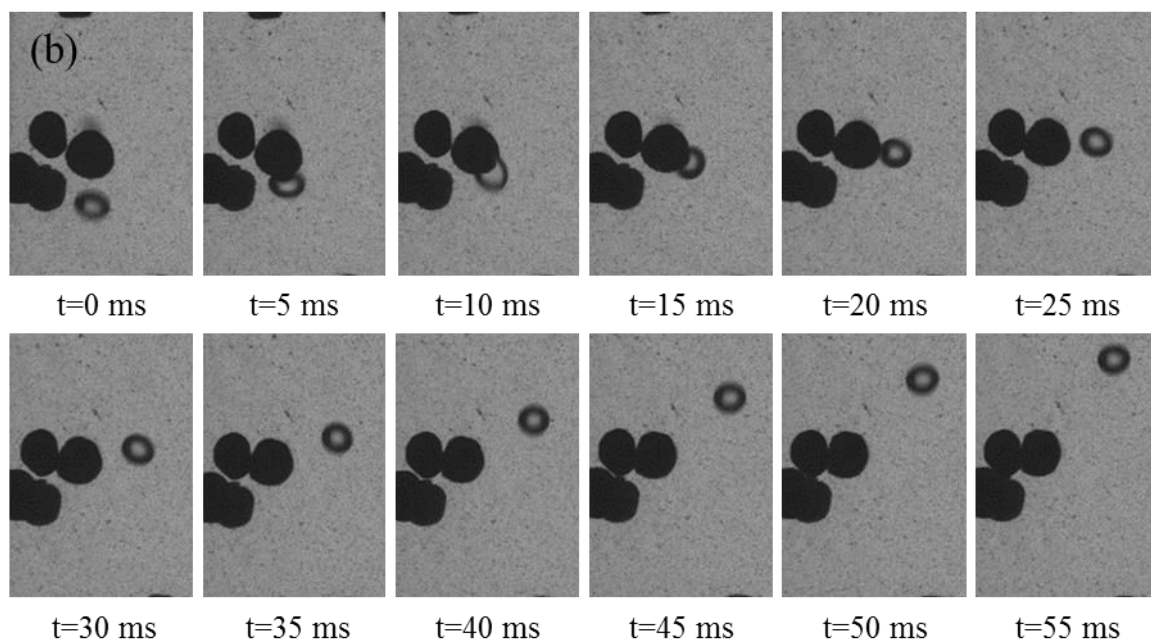


Figure 3.13. Deux séries d'expériences (a) et (b) sur le contact entre bulle et granule de boue de taille équivalente.

Lorsque la taille de la bulle est moins importante que celle du granule, la bulle reste coincée sous la particule (Figure 3.14). Le temps de contact est alors plus ou moins long et dépend de son éventuelle coalescence avec une autre bulle en ascension dans la même direction ou de collision entre granules. Ceci permet alors d'obtenir une plus grosse bulle ayant une quantité de mouvement suffisante pour contourner la particule.

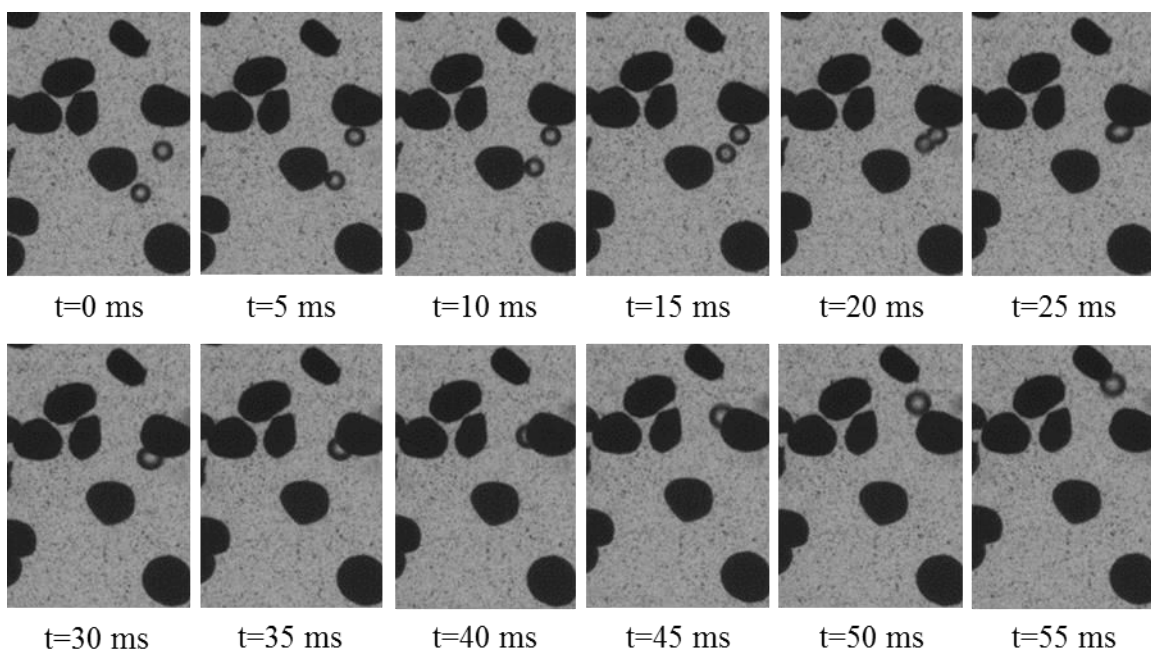


Figure 3.14. Contact entre une petite bulle et un gros granule.

Des granules de boue répartis dans l'espace peuvent jouer un rôle d'obstacle permettant de ralentir des bulles lors de leur ascension. Leur présence et des collisions peuvent perturber la direction ainsi que la vitesse des bulles. La modification de la trajectoire des bulles peut-être facilitée par leur coalescence avec d'autres bulles situées sur leur passage. Après coalescence, la plus grosse bulle résultante possède une grande quantité de mouvement engendrant un champ de vitesse plus intense au voisinage des granules de boue. On peut ainsi déduire que des quantités de granules et de bulles de biogaz importantes dans une installation industrielle intensifient des phénomènes de coalescence et des interactions gaz-liquide-granules de boue.

Selon les résultats rapportés dans la littérature (Chen et al., 2011; Li, 1999; Li et al., 2001; Li et al., 1997), lors de la coalescence entre deux bulles isolées, la bulle qui précède et celle qui la suit se rapprochent dans la zone de sillage de la bulle qui précède réduisant la trainée de la bulle qui suit. La bulle qui suit se rapproche finalement au fur et à mesure de la bulle qui la précède et finit par coalescer avec elle. La bulle qui suit est ainsi aspirée par la bulle qui la précède avec une oscillation de forme. Ces interactions s'étendent très largement pour des bulles en ascension dans un fluide viscoélastique. Evidemment, la portée est beaucoup réduite dans le cas d'interactions visqueuses dans un fluide newtonien tel que l'eau. La faible courbure du film liquide engendre une tension superficielle importante, de sorte que les deux bulles coalescent très rapidement dès la rupture du film liquide qui les sépare. Dans ce processus, la vitesse des deux bulles est plus importante que leur vitesse à l'état isolé. Après leur coalescence, deux vortex contre-rotatifs apparaissent de chaque côté du sillage de la bulle formée.

### **3.3 Rhéologie de boues granulaires**

La viscosité de boues granulaires est intimement liée au traitement anaérobie des eaux usées. Comme mentionné précédemment, la viscosité du mélange est plus importante en présence de granules conduisant à une diminution du taux de rétention de gaz et de la vitesse de circulation du liquide. Ce comportement de la rétention avec la viscosité est généralement confirmé par les résultats de nombreuses équipes de recherche bien que certains chercheurs obtiennent un comportement contradictoire. En effet, (Deng et al., 2010) qui ont travaillé avec des solutions de polymères obtiennent une augmentation de la rétention de gaz lorsque la viscosité du liquide augmente. Cependant, les phénomènes rhéologiques qui se produisent dans les suspensions ne sont pas les mêmes que ceux d'une solution de polymère. De ce fait, le travail qui suit consiste à comprendre les caractéristiques rhéologiques de la suspension des

boues granulaires anaérobies. L'accent est notamment mis sur l'effet de la concentration en solide et de la température.

La rhéologie d'une suspension est fonction des propriétés de la phase liquide, des caractéristiques physiques des particules, ainsi que de la concentration en solide et des interactions entre ces particules. En théorie, selon les caractéristiques du fluide et des particules et selon la concentration en solide, divers types de forces (colloïdales, agitation thermique, frottements) peuvent s'exercer sur les particules. Dans une suspension de particules non colloïdales, il s'agit de forces liées à des interactions hydrodynamiques qui contribuent à croître la viscosité.

Par ailleurs, selon Mewis & Wagner, (2009), il est difficile de mesurer la rhéologie de suspensions contenant de grosses particules qui ne sont pas parfaitement sphériques. Dans le cas actuel de particules molles, de forme hétérogène et ayant une bonne capacité de sédimentation, la réalisation de mesures précises de rhéologie de suspensions de boue granulaire devient difficile. Sous faible agitation, des granules sédimentent au fond de la cuve et empêchent la rotation du ruban hélicoïdal. Au-delà d'une certaine contrainte correspondant à une vitesse de rotation donnée du mobile d'agitation, des granules de boue sont mis en suspension, mais une instabilité du type Taylor-Couette peut apparaître pour donner des résultats erronés (Baumert & Muller, 1997). Ainsi, à cause de ces deux facteurs limitants, la rhéologie mesurée n'est effective que dans une gamme restreinte de l'agitation avec une gamme de contraintes correspondante.

En général, la suspension de boues granulaires se comporte comme un fluide rhéofluidifiant avec un seuil de contrainte. L'effet de la concentration en solide est significatif, alors que l'effet de la température est faible (Figure 3.15). Ceci est logique du fait que la dissipation d'énergie est d'autant plus grande que deux granules sont proches (Coussot & Ancey, 1999), tandis que le mouvement brownien est largement négligeable pour des granules ayant un diamètre de l'ordre de quelques millimètres. De plus, la taille des granules influence également sur la viscosité de la suspension. En effet, selon Pevere et al. (2009), à concentration en solide fixée, la suspension est d'autant plus visqueuse que la taille de granules est petite. Ces auteurs attribuent ce comportement à une fréquence de collision plus importante dans le cas des plus petits granules du fait de leur quantité plus importante à une concentration donnée.

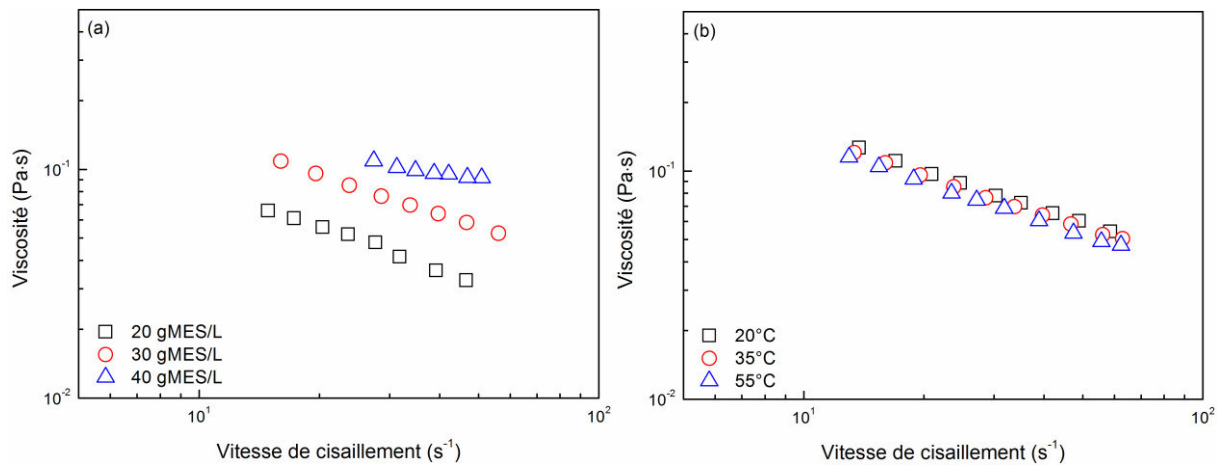


Figure 3.15. Effet de la concentration en solide à 35°C (a) et de la température (b) sur la viscosité de la suspension à une concentration en solide de 30 gMES/L.

### 3.4 Conclusion

Les résultats expérimentaux obtenus par PIV montrent que la vitesse de circulation du liquide augmente avec la vitesse superficielle du gaz et diminue très faiblement lorsque le débit de liquide entrant dans le réacteur croît aussi bien en présence qu'en l'absence de boues granulaires. Cependant, en présence de boues granulaires, la vitesse de circulation du liquide diminue du fait de l'augmentation des frottements dans le lit de boues granulaires qui favorisent la coalescence des bulles diminuant ainsi la rétention du gaz. On peut conclure que la vitesse de circulation du liquide dépend davantage de l'écoulement de la phase gazeuse que de la phase solide, l'influence du débit d'entrée de la phase liquide étant la plus faible des trois.

Le régime d'écoulement est typiquement laminaire dans la descente où la vitesse de cisaillement moyenne augmente avec la vitesse de circulation du liquide. L'obtention d'un champ de vitesse au premier étage du réacteur 3D en milieu triphasique gaz-liquide-granules étant difficile du fait de l'opacité du milieu, nous nous sommes orientés vers l'utilisation d'un réacteur 2D pour étudier le comportement de la phase gazeuse sur la vitesse de cisaillement dans le liquide. Les résultats montrent que l'effet de la taille des bulles sur la vitesse de cisaillement de la phase liquide est déterminant. Ainsi, le mouvement relatif entre la bulle et le liquide est un paramètre clé pour la vitesse de cisaillement. Le cisaillement exercé sur la surface d'un granule de boue est plus élevé que le cisaillement moyen au sein du réacteur. Par ailleurs, le type d'interactions bulle-granule dépend de l'écart relatif entre la taille de la bulle et celle du granule. Généralement, les granules répartis dans l'espace jouent un rôle d'obstacle

qui affecte des bulles lors de leur ascension et facilite la coalescence. Enfin, la suspension de boues granulaires montre un comportement rhéofluidifiant. L'effet de la concentration en solide est significatif, alors que l'effet de la température est moins prononcé.



# **Chapitre 4. Effet du cisaillement et caractéristiques des granules de boue**

Cette étude est conduite en maquette chaude dans une cuve agitée dans le but d'étudier, pour différentes vitesses de rotation, l'effet du cisaillement sur la forme des granules de boue, l'efficacité de production de biogaz, ainsi que la variation de la composition du biogaz produit. Néanmoins, il est important de préciser ici que le cisaillement exercé sur des granules de boue dans la cuve agitée diffère de celui dans les réacteurs à écoulement ascendant tels que le réacteur IC par exemple. Dans la cuve agitée équipée d'un ruban hélicoïdal, le cisaillement tangentiel est prédominant et relativement homogène. Cependant, la collision mécanique entre le ruban et les granules de boue est inévitable, ce qui peut contribuer à renforcer l'effet du cisaillement sur des granules et la désintégration de ces derniers. La seconde partie de cette étude est consacrée aux caractéristiques structurelles des granules. Les mesures de microscopie électronique à balayage (MEB) et de porosimètre au mercure sont réalisées par nos collaborateurs à l'Université Tsinghua.

## **4.1 Etude expérimentale dans la cuve agitée**

Dans un premier temps, la cuve agitée équipée d'un ruban hélicoïdal est remplie par un certain volume de solution de glucose et de bicarbonate de sodium à 3000 mgDCO/L et une quantité connue de granules de boue (masse humide de 123 g ; 90% d'humidité). Un débit d'alimentation de 1,4 mL/min provenant du vase de Mariotte alimente continûment la cuve par le fond. Le temps de rétention hydraulique de la solution étant donc de 5 heures environ. La cuve en inox est munie d'une double enveloppe reliée à un bain thermostaté pour maintenir le mélange à la température de 35 °C. Le débit de biogaz produit est mesuré en fonction du temps aux différentes vitesses de rotation donnée. Le taux d'élimination de la DCO qui ne dépasse pas 30% est suffisamment faible pour considérer que la quantité de substrat dans la cuve est suffisante durant ce temps de séjour, ce qui permet donc d'étudier l'effet de la vitesse de rotation.

Par ailleurs, pour visualiser le champ de vitesse obtenu en utilisant un ruban hélicoïdal, des mesures ont été réalisées par PIV dans une cuve transparente de la même configuration mais équipée d'une boîte carrée remplie d'eau pour éviter les problèmes de diffraction. Les

expériences ont été réalisées en présence d'eau pour assurer la transparence du milieu. La configuration de l'écoulement représentée sur la figure 4.1 est décrite ci-dessous : le liquide s'écoule expérimentalement vers le bas entre le ruban et la paroi de la cuve, vers le centre au fond de la cuve, vers le haut le long de la tige du mobile et vers extérieur radialement sous la surface du liquide, ce qui est en accord avec celle décrite dans la littérature (Delaplace et al., 2000).

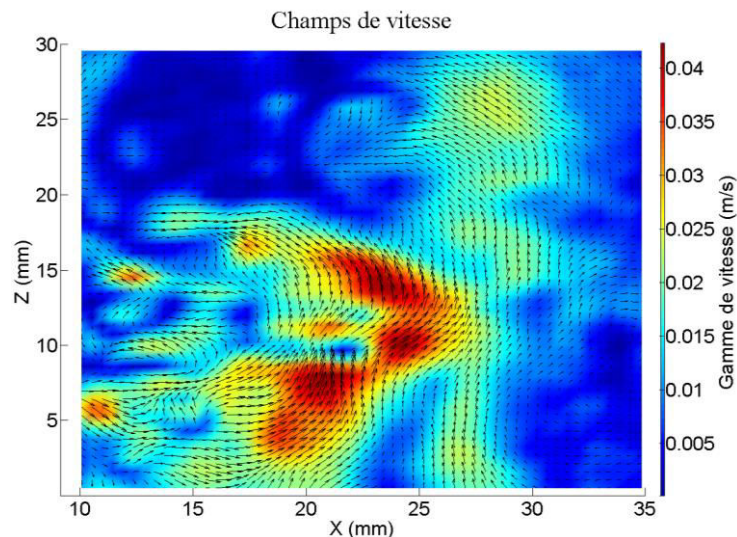


Figure 4.1 Configuration de l'écoulement mesurée par PIV dans la cuve agitée transparente contenant de l'eau à une vitesse de rotation de 50 tr/min (la paroi de la cuve est à gauche,  $x=10$  mm ; le centre de l'axe du mobile de diamètre de 6 mm est à droite  $x=35$  mm).

#### 4.1.1 Constante de Metzner-Otto

La rhéologie de la suspension dépend de la concentration en granules de boue. Ainsi, il faut dans un premier temps évaluer la vitesse de cisaillement à différentes vitesses de rotation. Pour cela, on se base sur la méthode de Metzner-Otto décrite en détail au chapitre 1 et qui est valable, rappelons-le, en régime laminaire seulement.

Pour déterminer la courbe caractéristique du système d'agitation utilisé, une solution de glycérol ayant un titre volumique de 84% qui est un fluide newtonien est placée dans la cuve et des mesures de couples sont d'abord réalisées à différentes vitesses d'agitation. Les résultats obtenus montrent qu'une loi de puissance d'un exposant proche de -1 entre le nombre de puissance et le nombre de Reynolds est obtenue pour ce dernier inférieur à 70 (Figure 4.2). Cette valeur critique du nombre de Reynolds qui est en accord avec celle mentionnée dans la littérature pour une géométrie de mobile du type ruban hélicoïdal (Cheng & Carreau, 1994; Jahangiri, 2008) est strictement prise en compte pour les expériences

suivantes. Il faut noter que la mesure précise du nombre de puissance est difficile à réaliser dans une aussi petite cuve agitée car le couple est très faible.

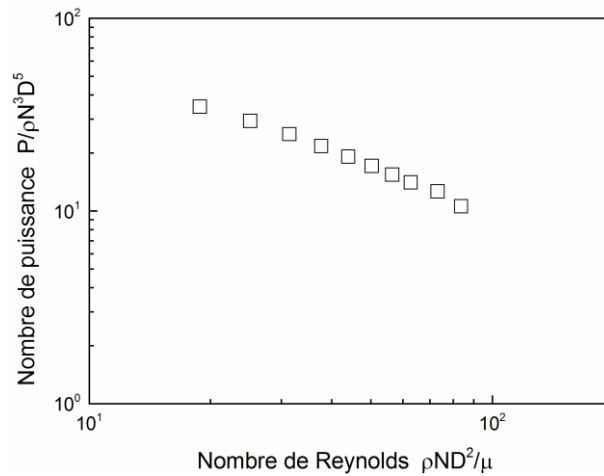


Figure 4.2 Relation entre le nombre de puissance et le nombre de Reynolds pour notre ruban hélicoïdal.

Deux liquides non-newtoniens, une solution de Polyacrylamide (0,3% en masse) et une solution de Xanthane (0,5% en masse) dont les caractéristiques rhéologiques sont montrées sur la figure 2.6, sont ensuite utilisés afin de déterminer la constante de Metzner-Otto. Les constantes obtenues, conformément à la démarche décrite au chapitre 1, sont alors respectivement de 15,8 pour la solution de Polyacrylamide et de 18,4 pour la solution de Xanthane (Figure 4.3). Compte tenu du faible écart entre ces deux valeurs, lié à la différence des caractéristiques rhéologiques des liquides utilisés (Thakur et al., 2004; Wang et al., 2000), on prend comme constante de Metzner-Otto la valeur moyenne de 17,1 qui est du même ordre de grandeur et en accord avec celle trouvée par Carreau et al. (1993).

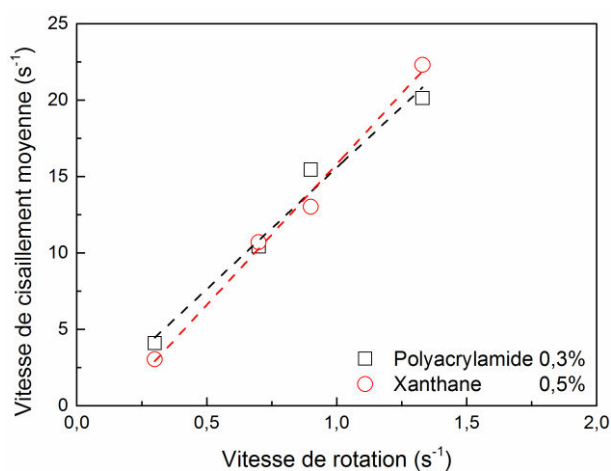


Figure 4.3 Relation entre la vitesse de rotation et la vitesse de cisaillement pour les deux liquides non-newtoniens utilisés.

Pour valider cette valeur, une démarche similaire a été adoptée dans la cuve du rhéomètre AR-G2 équipé d'un ruban hélicoïdal et d'un couplemètre plus précis. On note que le système d'agitation sur le rhéomètre et celui utilisé ci-dessus présentent une similitude géométrique. De plus, ces valeurs sont proches de la valeur de 15,5 obtenue en utilisant le rhéomètre directement dans une suspension de boues granulaires.

#### **4.1.2 Fonctionnement en batch**

Les résultats relatifs à l'évolution temporelle du biogaz obtenus à la vitesse de rotation 30 tr/min sont rapportés sur la figure 4.4a qui montre que le débit de biogaz croît jusqu'à atteindre un maximum avant de décroître, puis de tendre finalement vers une limite asymptotique à faible débit jusqu'à épuisement du substrat. Cette tendance est comparable à celle obtenue en fixant un granule de boue individuel dans un microréacteur contenant une charge massique quasiment équivalente (Figure 4.4b). On remarque d'ailleurs que la durée de production de biogaz est de même ordre de grandeur si l'on ne prend pas en compte la période asymptotique pour laquelle il manque quelques points sur la courbe d'évolution obtenue en cuve agitée.

Sachant qu'une solution identique de glucose et de bicarbonate de sodium est utilisée dans les deux réacteurs, la dégradation anaérobie démarre directement par l'étape d'acidogénèse sur la couche extérieure des granules sans passer par l'étape d'hydrolyse ; elle est suivie respectivement par les étapes d'acétogénèse et méthanogénèse dans les couches intérieures du granule de boue. En l'absence de l'étape d'hydrolyse qui est généralement une étape déterminante de la vitesse de fermentation, une grande quantité de glucose se transforme rapidement en acides gras volatils (AGV) par acidogénèse. Cependant, au-delà d'un seuil de concentration, les AGV ont un effet inhibitif sur la vitesse de méthanisation (Siegert & Banks, 2005; van den Heuvel et al., 1992; Wang et al., 2009). Compte tenu de la faible charge massique initiale de l'ordre de 0,1 kgDCO/kgVSS environ, une accumulation importante des AGV est improbable. On peut en déduire que l'évolution globale du débit de biogaz produit en batch est déterminée par l'épuisement progressif du substrat et est légèrement affecté par le transfert de matière.

On peut par ailleurs constater que la production de biogaz ne démarre qu'au-delà d'un certain laps de temps correspondant à la durée du transfert de substrat dans le granule et à la saturation progressive de la solution en biogaz après sa production interne et la nucléation sur granules. Hormis les points communs, il y a des différences subtiles entre les deux courbes de

la figure 4.4 : le débit maximum de production de biogaz est atteint plus rapidement et la phase de décroissance correspondante est plus lente dans la cuve agitée que dans le microréacteur. Ces différences peuvent être liées à la résistance externe au transfert et à un problème d'épuisement du substrat. En effet, dans la cuve agitée, une agitation constante est maintenue, ce qui permet d'une part d'homogénéiser sans interruption la concentration en substrat qui alimente les granules et, d'autre part, d'améliorer le transfert de matière dans la couche limite externe entourant ces granules. Tandis que dans le cas du microréacteur avec un seul granule fixe en régime stagnant, c'est la diffusion moléculaire qui prédomine pour le processus entier de transfert de matière. La résistance au transfert externe est de ce fait plus importante si bien que dès que le substrat est consommé autour du granule de boue, la production de biogaz est considérablement ralentie.

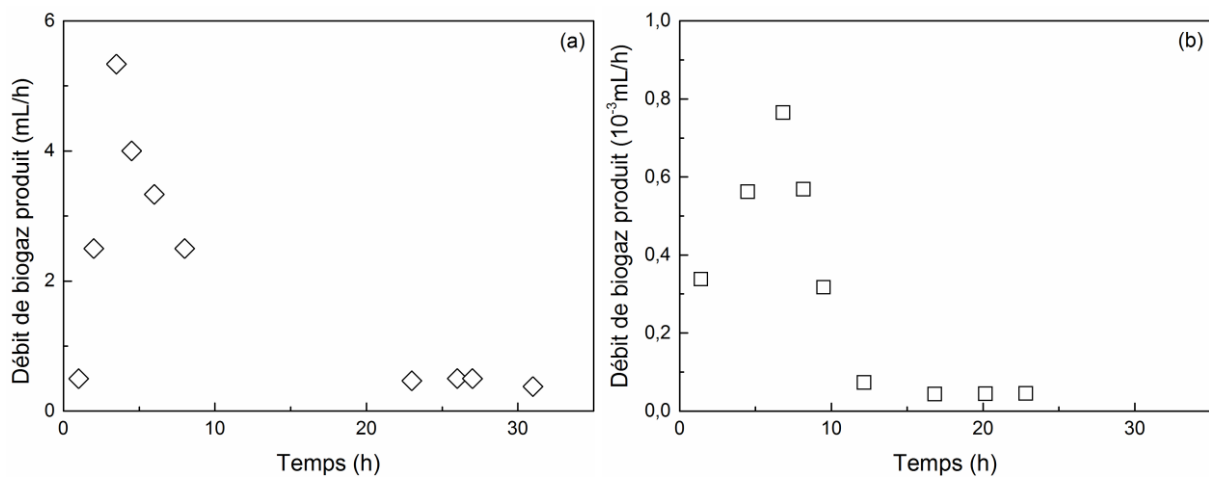


Figure 4.4. Débit de biogaz produit en fonction du temps en batch dans une cuve agitée (a) et dans un microréacteur (b) fonctionnant avec un seul granule en régime stagnant.

De plus, chaque granule est différent d'autres granules d'un point de vue structure interne. Ainsi, contrairement au cas du microréacteur où un seul granule produit du biogaz, dans la cuve agitée, des dizaines de milliers de granules sont mis en mouvement par le ruban hélicoïdal avec un champ de cisaillement relativement homogène et subissent inévitablement des collisions. Le débit de biogaz produit correspond à celui de l'ensemble de ces granules, le débit moyen produit par chaque granule dans la cuve agitée étant du même ordre de grandeur que celui du granule individuel dans le microréacteur. Enfin, il faut aussi noter la différence dans la configuration d'écoulement entre les deux systèmes : de nombreux granules sont en mouvement avec la phase liquide tandis que dans le microréacteur, il s'agit d'un seul granule fixe en régime stagnant.

Dans la thèse de Zhang (2011), cette tendance est également observée dans un réacteur bidimensionnel où plusieurs centaines des granules sont en contact au fond du réacteur sans subir de collisions. Dans ce cas, le champ de cisaillement provoqué par des bulles de biogaz produit est hétérogène et insuffisant pour perturber le régime d'écoulement. La charge massique initiale estimée selon le substrat disponible autour des granules est approximativement de 0,05 kg DCO/kgVSS, ce qui représente la moitié de celle dans nos expériences. Ceci pourrait expliquer le phénomène d'épuisement plus rapide du substrat dans le réacteur bidimensionnel.

### 4.1.3 Fonctionnement en continu

Expérimentalement, le débit de biogaz produit dans la cuve agitée pour une masse de granules donnée est compris entre 4,47 et 9,74 mL/h et la teneur en méthane varie de 56,1% à 79,6% (Figure 4.5). Le débit optimal de biogaz est obtenu pour une valeur de la vitesse de rotation de l'ordre de 24 tr/min avant de décroître, tandis que la teneur en méthane diminue continûment lorsque la vitesse de rotation croît.

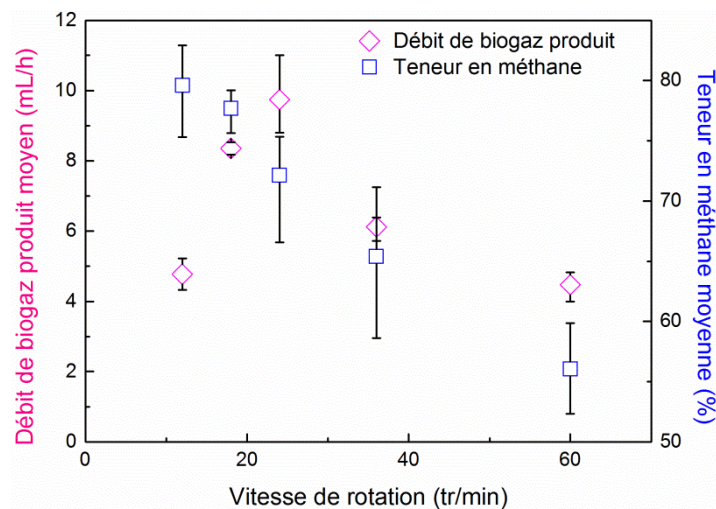


Figure 4.5 Influence de la vitesse de rotation sur la teneur en méthane et le débit de biogaz produit.

A une faible vitesse de rotation, c'est le transfert de matière qui limite la production de biogaz. L'augmentation de la vitesse de rotation diminue l'épaisseur de la couche limite et renforce par conséquent l'efficacité du transport de substrat vers des granules conduisant à un débit plus élevé de production de biogaz. Cependant, une vitesse de rotation plus élevée augmente le cisaillement ainsi que des collisions et des frottements entre des granules. L'augmentation du cisaillement peut constituer un frein à la production de biogaz car si un

fort cisaillement intensifie davantage le transfert du substrat dans la couche limite, il peut en revanche augmenter la probabilité de colmatage des micropores du fait d'une sécrétion plus importante de PEC (Liu et al., 2004). La déformation de la surface de granule comme une matière molle pourrait aussi obstruer ces micropores. Ces deux effets antagonistes du cisaillement pourraient expliquer l'existence d'un maximum pour le débit de biogaz. En effet, lorsque l'on augmente la vitesse de rotation, on obtient d'une part un effet positif correspondant à l'augmentation de l'efficacité de transfert de matière externe qui est donc favorable à la production de biogaz ; mais, au-delà d'une certaine vitesse de rotation, le colmatage des micropores provoqué par la sécrétion de PEC qui est stimulée au cisaillement élevé, et la déformation à la surface des granules de boue à cause des collisions induisent une réduction du débit de biogaz produit.

Quant à la teneur en méthane, il est bien lié à la propriété du substrat, à la charge organique et aux conditions opératoires. Pour un substrat et une charge organique donnés, la vitesse de rotation joue, en tant que condition opératoire dans cette étude, un rôle important sur la teneur en méthane. La diminution de la teneur en méthane est principalement due à l'accumulation excessive des AGV au-delà d'un seuil qui restreint le processus de la méthanisation. Bien que la concentration en AGV ne soit pas mesurée, il est bien constaté que la transformation de glucose devient plus rapide et que la quantité des AGV est plus importante aux cisaillements élevés (Kundu et al., 2014). Une vitesse de rotation importante intensifie le transfert du substrat dans la couche limite externe mais celui-ci se transforme facilement en AGV par acidogénèse. Par ailleurs, le transfert de matière à l'intérieur des granules est contrôlé par la diffusion moléculaire qui est lente par rapport à la convection externe. En conséquence, un déséquilibre entre les vitesses de production et de consommation des AGV se produit, conduisant ainsi à une accumulation des AGV dans des granules. Le même phénomène est également rapporté pour la digestion anaérobie du déchet dégradable (Padmasiri et al., 2007; Stroot et al., 2001). Dès que la concentration en AGV dépasse le seuil critique, les processus successifs d'acétogénèse et de méthogénèse seront inhibés dans une certaine mesure (Niu et al., 2014). De ce fait, le dioxyde de carbone et l'hydrogène produits durant l'acidogénèse ne sont pas complètement utilisés, ce qui conduit à la diminution de la teneur en méthane. Cet argument peut être confirmé par la détection de l'hydrogène dans le biogaz à la vitesse de rotation élevée comme un signal d'inhibition de la méthanisation (Gallert et al., 1998). Une diminution du taux de méthane par rapport au dioxyde de carbone dans le biogaz a par ailleurs été rapportée lors de l'augmentation de la concentration en AGV pour le substrat cellulose

(Siegert & Banks, 2005). En outre, on peut noter qu'une accumulation excessive des AGV peut contribuer partiellement à une diminution du débit de biogaz.

Dans notre cas, l'accumulation des AGV est réversible, car il est extrêmement difficile de restaurer l'activité biologique de boues granulaires dès que l'acidification se produit complètement. En outre, la teneur en méthane détecté est relativement élevée par rapport à celui rapporté dans la littérature, ce qui est peut être dû à la dissolution dans l'eau d'une partie de dioxyde de carbone, car la technique d'emportage ayant été utilisée pour collecter le biogaz.

En prenant en compte à la fois la variation du débit de biogaz et la teneur en méthane, et en utilisant la constante de Metzner-Otto pour relier la vitesse de cisaillement à la vitesse de rotation, on peut déduire le débit de méthane produit en fonction de la vitesse de cisaillement. Les résultats ainsi rapportés sur la figure 4.6 montrent que le débit de méthane maximal produit est obtenu pour une vitesse de cisaillement de l'ordre de  $6,8 \text{ s}^{-1}$ , ce qui représente une valeur relativement faible par rapport à celles rapportées (Pereboom & Vereijken, 1994; Zhang et al., 2012). C'est probablement dû à de différentes méthodes pour déterminer la vitesse de cisaillement, aux différents régimes d'écoulement et à des configurations variées des réacteurs.

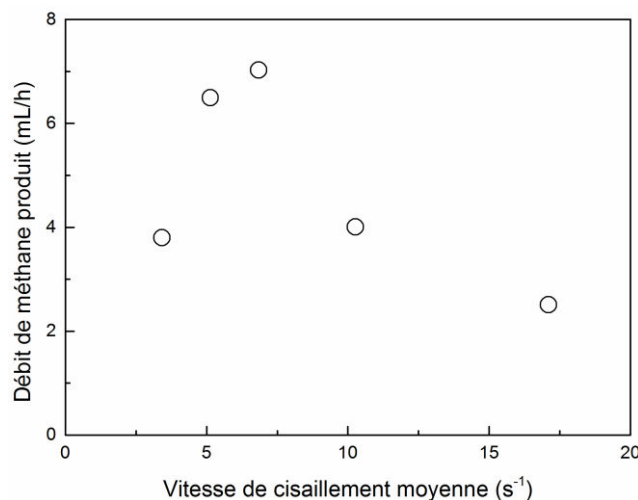


Figure 4.6. Débit de méthane produit en fonction de la vitesse de cisaillement moyenne.

#### 4.1.4 Déformation des granules

En comparant la forme des granules de boue avant et après les expériences, le rapport moyen entre les diamètres de Fétet maximal et minimal des granules augmente de 1,082 à 1,246, ce qui représente une augmentation approximative de 15% (Figure 4.7a et 4.7b). La définition des diamètres de Fétet maximal et minimal est illustrée sur la figure 4.7c. La forme des



granules avant les expériences est légèrement ellipsoïdale, le rapport entre les diamètres de Féret maximal et minimal étant principalement compris entre 1,0 à 1,1. Après les expériences réalisées dans la cuve agitée en augmentant progressivement la vitesse de rotation de 12 à 60 tr/min, la valeur de ce rapport de diamètres se situe majoritairement dans la gamme 1,2 à 1,3. De plus, on constate que ces granules deviennent aplatis après les expériences, leur forme étant alors proche de celle des grains de sésame (Figure 4.8).

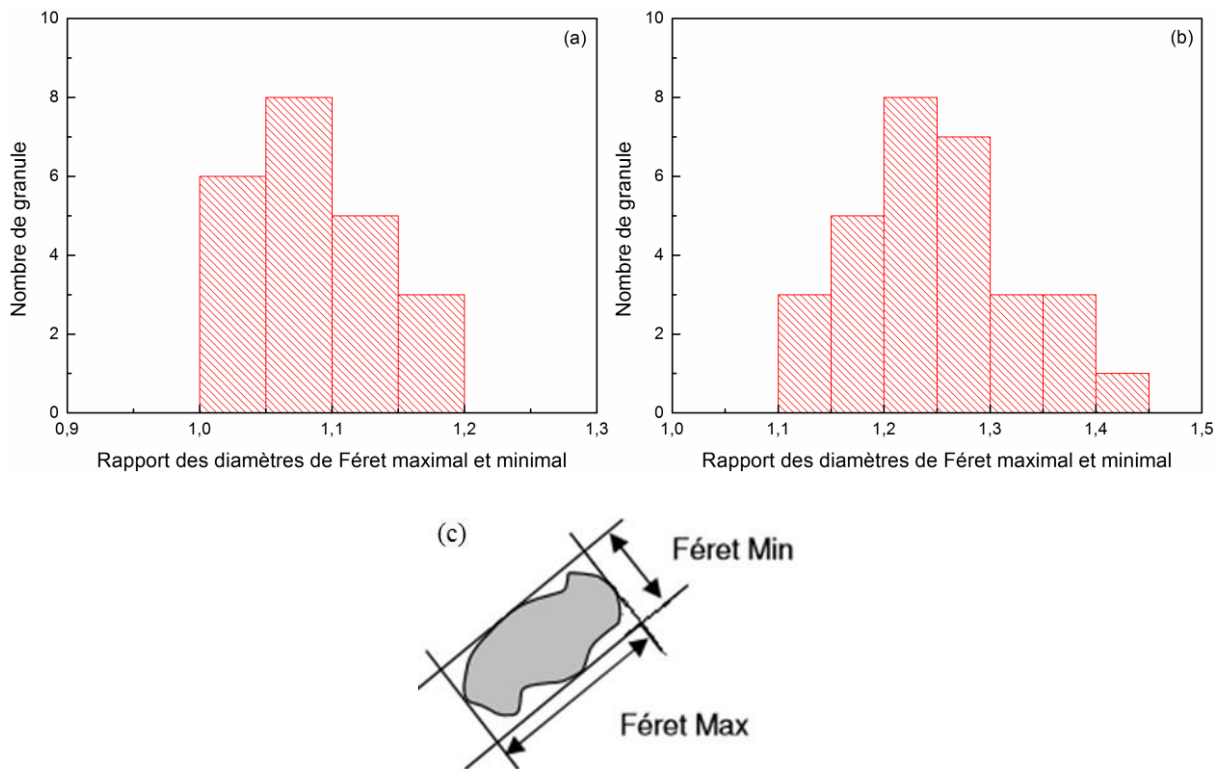


Figure 4.7. Histogramme de la distribution des granules avant (a) et après expériences (b) en fonction du rapport des diamètres de Féret maximal et minimal (c).

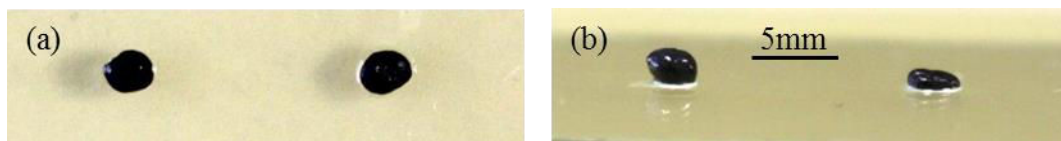


Figure 4.8. Vue d'en haut (a) et vue latérale (b) des granules avant (à gauche) et après les expériences (à droite).

Toutefois, les expériences ne semblent pas affecter la masse volumique des granules qui reste comprise entre 1027 et 1032 kg/m<sup>3</sup>. De ce fait, on peut en déduire que des collisions entre des granules d'une part et entre des granules et le ruban d'autre part induisent l'usure aux extrémités des granules et la déformation qui se traduisent par leur changement de forme plutôt que par leur compression. Ceci est d'ailleurs confirmé expérimentalement, en observant

les entraînés par l'effluent, par la présence de particules noires aussi fines que de la poussière et non par des granules intégrés.

Ainsi, grâce à leur nature comme matière molle, des granules de boue se déforment pour mieux s'adapter aux contraintes locales liées à la configuration de l'écoulement, des collisions, etc. dans la cuve agitée. L'augmentation du rapport de Féret démontre cette déformabilité à l'image d'une goutte liquide soumise à un champ de cisaillement, seulement la déformation de granules reste quasiment irréversible. En outre, un autre type de déformation correspondant à la formation d'un cratère, détaillé dans ce qui suit, a également été observé en sortie du canal de production de biogaz.

## **4.2 Formation du cratère dans un granule**

Le cratère formé à la sortie du canal d'où se libère le biogaz est la conséquence de l'interaction entre la microbulle et le granule de boue qui se comporte comme une matière molle. Ainsi, la tension superficielle de la microbulle et la rigidité du granule de boue sont intimement liées du fait d'un équilibre logique de forces entre la microbulle et le granule.

### **4.2.1 Tension superficielle**

Les résultats relatifs aux mesures de tension superficielle montrent une indépendance de ce paramètre vis-à-vis du rapport des concentrations en méthane et en dioxyde de carbone dans le biogaz produit. Cependant, la tension superficielle est intimement liée à la composition de la solution aqueuse ; elle décroît légèrement lorsque la concentration de la solution en glucose et en bicarbonate de sodium diminue (Figure 4.9). Ce comportement peut être interprété par le rôle de tensio-actif des molécules de glucose, des cations  $\text{Na}^+$  et des anions  $\text{HCO}_3^-$  qui a pour conséquence l'affaiblissement de la force intermoléculaire de l'eau contenue dans la solution. La tension superficielle du système biogaz-eau est de l'ordre de 0,071 N/m, alors que celle du système biogaz-solution se situe autour de 0,063 N/m avec une très faible fluctuation.

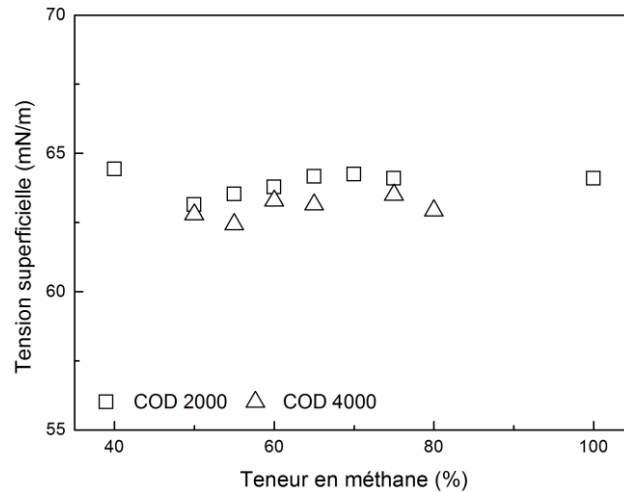


Figure 4.9. Tension superficielle du biogaz synthétisé aux solutions de différentes concentrations DCO en fonction de la teneur en méthane.

#### 4.2.2 Résistance mécanique

Une compression axiale est exercée sur un granule de boue pour obtenir l'évolution de la résistance mécanique en fonction du déplacement de l'aiguille cylindrique du pénétromètre (Instron, États-Unis). L'évolution de la résistance axiale en fonction du déplacement de l'aiguille rapportée sur la figure 4.10 montre une augmentation de cette résistance suivie d'une chute brutale. Le sommet principal indiqué sur la figure correspond à l'apparition de fissures sur le granule qui commence alors à se désintégrer. La chute rapide de la force mesurée correspondant à la désintégration totale du granule. Bien que plusieurs autres sommets de moindre importance puissent apparaître au-delà du sommet principal, le sommet de ce dernier est choisi comme point de rupture du granule et permet de définir la résistance mécanique d'un granule de boue.

A partir d'une trentaine d'expériences réalisées sur des granules intégrés aléatoirement choisis, la résistance mécanique moyenne obtenue est de 0,039 N environ. Le déplacement moyen de la déformation jusqu'au point de rupture est de l'ordre de 0,96 mm, représentant 42,6% du diamètre moyen des granules. Il faut souligner que la section des granules déformés au point de rupture dépasse celle de l'aiguille cylindrique. De ce fait, c'est la section de l'aiguille plutôt que la section du granule déformé qui doit servir à estimer la contrainte axiale. Etant donné la résistance mécanique moyenne et la section de l'aiguille, la contrainte axiale moyenne qui peut représenter la résistance mécanique d'un granule est environ 5517 Pa. Cette valeur est proche des résultats rapportés pour des granules anaérobies nourris par la solution de glucose (van Hullebusch et al., 2007). En effet, des granules contenant la

précipitation de minéraux tels que fer, calcium disposent d'une rigidité plus importante (Ren et al., 2008; van Hullebusch et al., 2007).

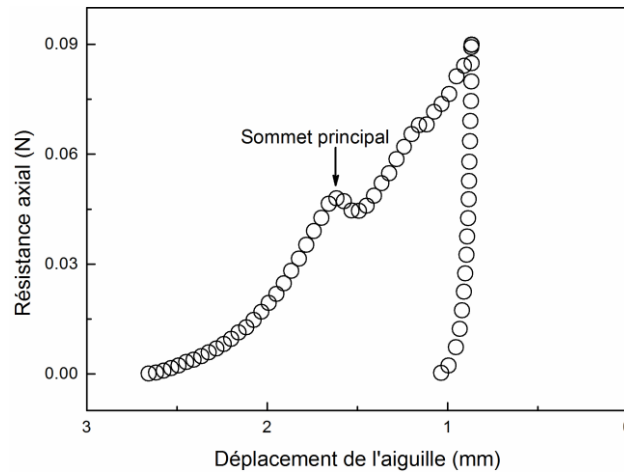


Figure 4.10. Résistance mécanique en fonction du déplacement de l'aiguille cylindrique sur le pénétromètre.

### 4.2.3 Formation du cratère

La formation d'un cratère est illustrée sur la Figure 4.11a qui met en évidence la profondeur considérable du cratère obtenu à la surface du granule. Ceci permet de déduire qu'il existe au moins un canal interne principal permettant d'acheminer le biogaz produit à l'intérieur de ce granule. Un agrandissement plus important de l'image précédente permet de mettre en évidence la forme sphérique du cratère correspondant parfaitement à la forme de la microbulle de biogaz (Figure 4.11b) et permettant de ce fait de confirmer l'existence de l'équilibre des forces entre la bulle et le granule de structure déformable. Ce type de cratère a été rapporté pour la première fois par Sekiguchi et al (1999) qui l'ont obtenu par hasard dans leur étude sans toutefois le mentionner. La présence, à la surface d'un granule, d'un ou deux pores de sortie de biogaz a déjà été rapportée dans nos précédents travaux (Zhang et al., 2012), qui ont montré que la production de biogaz pouvait se produire simultanément en trois endroits différents à la surface d'un granule (Figure 4.12). L'existence de plusieurs canaux à l'intérieur du granule confirme indirectement l'hypothèse de la structure fractale en cascade à l'intérieur d'un granule (Zhang et al., 2012).

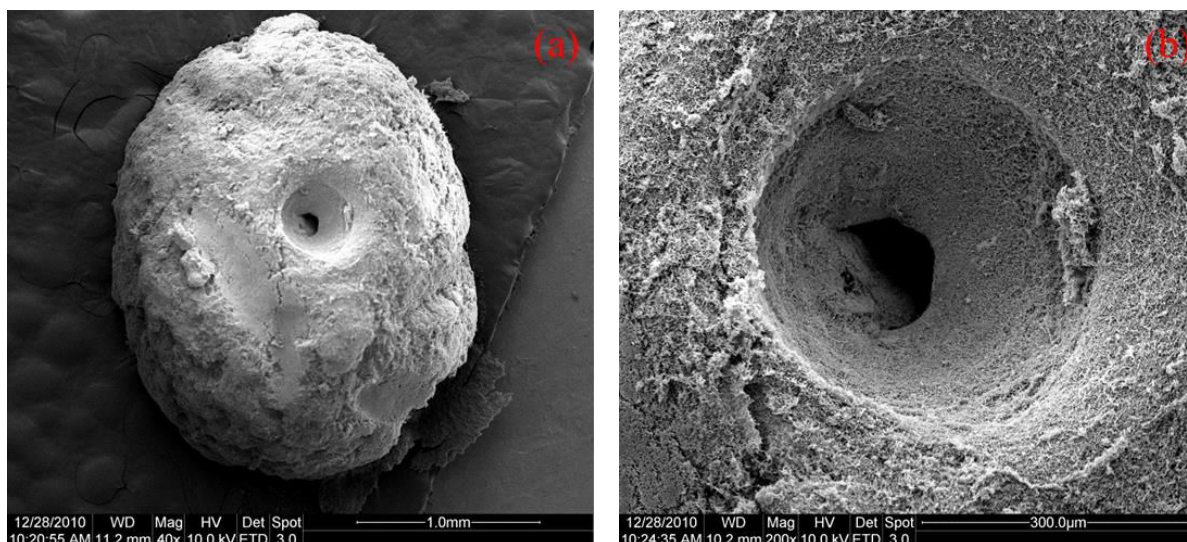


Figure 4.11. Images de MEB d'un même granule aux magnifications respectives de 400 (a) et de 2000 (b).

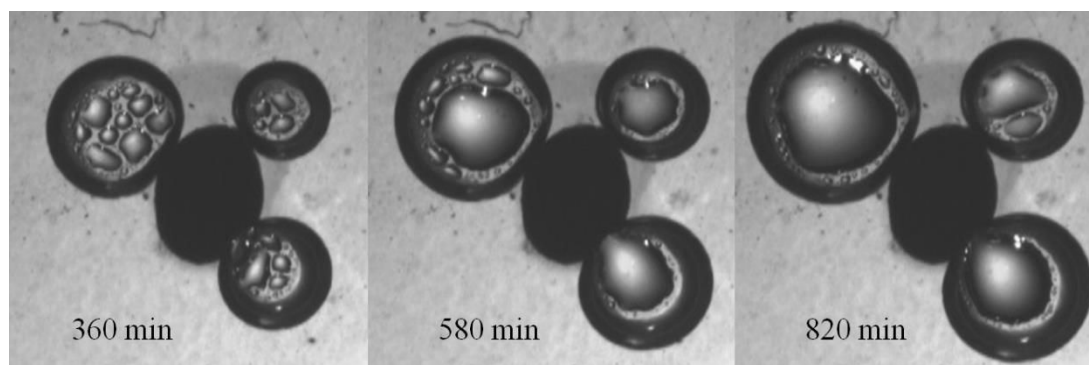


Figure 4.12. Production de biogaz simultanée dans trois pores d'un granule de boue en régime stagnant dans un microréacteur.

A partir de nombreuses images obtenues par MEB, les distributions statistiques du rayon du cratère et du pore sont respectivement illustrées sur la figure 4.13. Le rayon du cratère se situe principalement dans la gamme  $180 \sim 230 \mu\text{m}$  pour environ 77% du nombre total de cratères étudiés, les valeurs minimale et maximale de ce rayon étant respectivement de 111 et  $284 \mu\text{m}$ . Les valeurs du rayon des pores sont principalement comprises dans la gamme de  $20 \sim 70 \mu\text{m}$ . Les rayons moyens des cratères et des pores sont respectivement de 195 et  $69 \mu\text{m}$ . Le rapport entre le rayon du pore et du cratère fluctue autour d'une gamme étroite de valeurs comprises entre 0,2 et 0,3 (Figure 4.14a), ce qui suggère une relation certaine entre ces deux grandeurs. On pourrait supposer a priori que des granules de petite taille présentent des plus petits pores et cratères. Pourtant, les résultats expérimentaux montrent que la taille des pores et des cratères n'est pas forcément lié à la dimension du granule (Figure 4.14). Sachant que le cratère se situe à l'extrémité du canal principal de biogaz, sa forme est certainement induite

par la compression de la microbulle lors de la croissance. Ainsi, le diamètre du cratère dépend d'une certaine mesure plutôt de la taille de la bulle que de la dimension du granule.

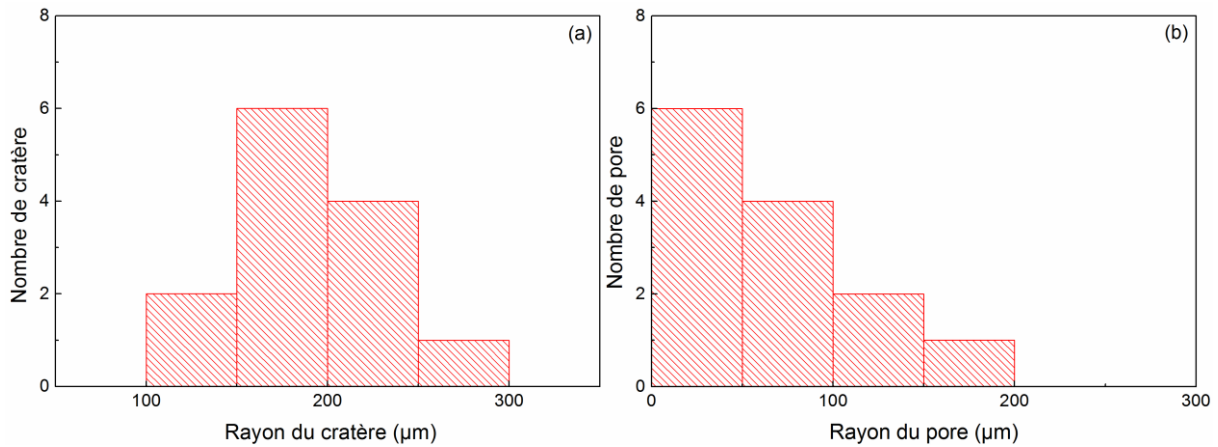


Figure 4.13. Distributions du rayon du cratère (a) et du pore de sortie de biogaz (b).

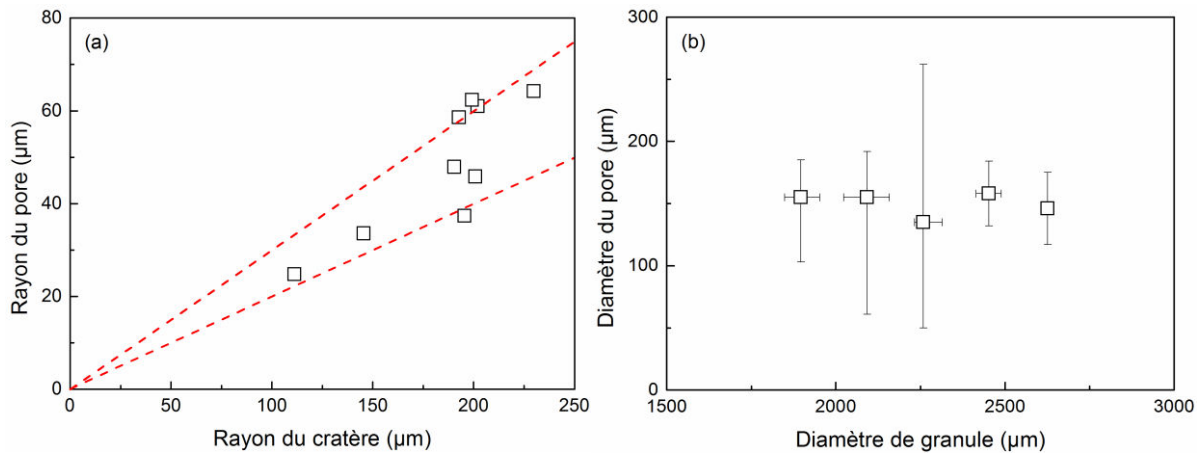


Figure 4.14. Rapport entre les rayons du pore et du cratère (a) et entre les diamètres du pore et du cratère (b).

Par ailleurs, la taille de la bulle dépend largement de la dimension des canaux internes qui couvrent une portée considérable allant de 0,003 à 374,59 μm (Figure 4.15). La porosité globale du granule est de l'ordre de 21% qui est assez faible par rapport à la porosité rapportée pour des granules méthanogène (Mu et al., 2006) qui est estimée selon une équation proposée par Li & Yuan (2002). Cette différence est probablement due à la nature différente de granules de boue et aux méthodes de l'estimation. La différence significative atteignant plusieurs ordres de grandeur entre les canaux les plus gros et les plus fins à l'intérieur d'un granule corrobore l'existence probable de la structure fractale en cascade. La fraction volumique maximale des canaux est obtenue pour un canal de 32,4 nm de diamètre. Par ailleurs, on peut remarquer que les fractions cumulées de longueurs et de volumes des canaux

dont le diamètre est inférieur à 37,7 nm représentent respectivement 99,85% et 46% de l'ensemble des longueurs et volumes de canaux. Ainsi, on a à l'intérieur du granule une prédominance de microcanaux qui existent peut-être en tant que lieux de la dégradation biochimique sous forme de cavités individuelles connectées en réseaux. Des gros canaux joueraient en fait un rôle de transporteur de biogaz, alors que des micros-canaux produiraient et transféraient des microbulles de biogaz, et transporteraient le substrat provenant de l'extérieur par diffusion (Gonzalez-Gil et al., 2001).

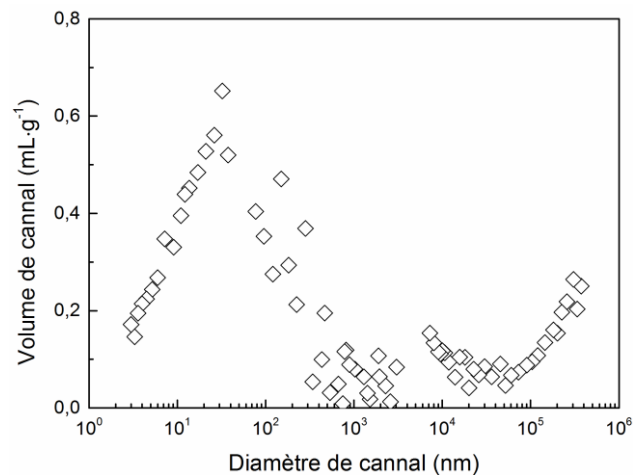


Figure 4.15. Distribution du volume du canal en fonction du diamètre de canal correspondant.

Lorsque le biogaz est sursaturé à l'intérieur du granule, la nucléation et la croissance de microbulles auraient lieu dans l'espace interstitiel. La diffusion de ces microbulles éventuellement accompagnées de leur coalescence, s'effectuerait au fur et à mesure vers les plus gros canaux. Il faut noter que, à cause de la structure complexe de granule à la nano- ou micro-échelle, des mécanismes de nucléation dans un granule de boue avec un processus biochimique continu de production de biogaz sont beaucoup plus complexes que la nucléation hétérogène traditionnelle sur une surface à cavité par exemple (Jones et al., 1999). Enfin, des microbulles se rejoindraient au niveau des canaux principaux puis formeraient une bulle plus grosse qui est observable par microscope (Figure 4.16). Avant de se détacher, la microbulle déforme le granule pendant un certain temps lors de sa croissance et, par conséquent, un cratère se forme à la surface du granule. Inversement, la forme concave du cratère à la sortie du canal empêche un détachement prématuré potentiel de la bulle.

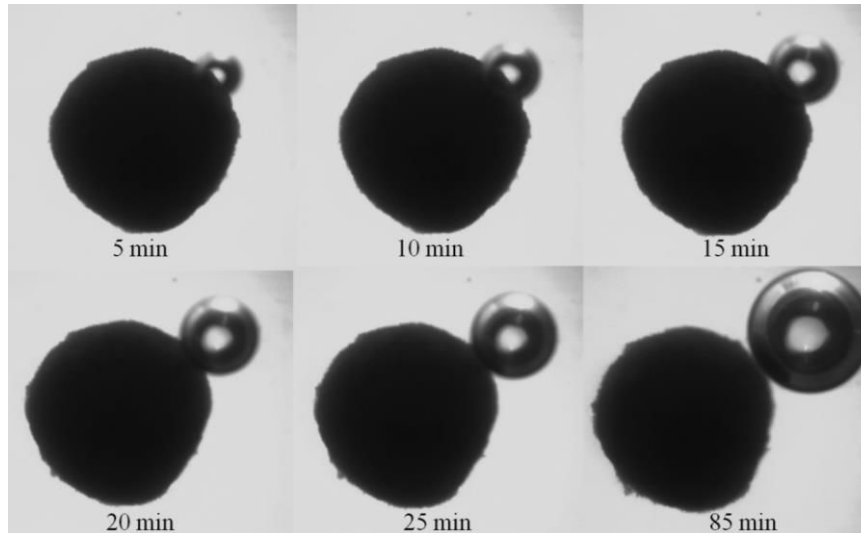


Figure 4.16. Séquence de production de biogaz sur un granule fixe en régime stagnant.

La formation du cratère est obtenue grâce à la compression de la microbulle qui est relativement rigide. La force de compression subie par le granule peut être estimée par la pression de disjonction de Laplace qui relie la courbure locale de l'interface séparant deux milieux. La pression de Laplace est une différence de pression entre deux milieux non miscibles et séparés par une interface courbée. Elle dépend essentiellement de la tension superficielle qui décrit l'énergie surfacique nécessaire à la création d'une interface. La loi peut s'écrire :

$$\Delta p = \sigma (1/R_1 + 1/R_2) \quad (4.1)$$

où  $\sigma$  est la tension superficielle entre deux milieux,  $R_1$  et  $R_2$  sont les deux rayons de courbure principaux de la surface au point considéré. Dans le cas d'une bulle sphérique, ces deux rayons sont égaux au rayon de la sphère  $R$ . Cette loi peut alors s'écrire simplement :

$$\Delta p = 2\sigma/R \quad (4.2)$$

Lorsque le rayon moyen du cratère et la tension superficielle sont connus, la contrainte de compression exercée par la bulle est environ de 646 Pa.

Comparée à la résistance mécanique, la pression de Laplace représente 11,7% de sa valeur. Compte tenu de la structure anisotrope des granules utilisés dans ce travail, on peut considérer que la compression exercée par la bulle et la résistance mécanique sont approximativement du même ordre de grandeur, d'autant plus que les techniques de mesures et les approches utilisées pour les déterminer sont complètement différentes. Alors que la compression exercée par l'aiguille cylindrique du pénétromètre est réalisée à macro-échelle, avec des granules hors de l'eau, la pression de Laplace est quant à elle estimée pour une microbulle produite à la



surface du granule baignant dans le liquide avec plus de liberté de mouvement. Néanmoins, la déformation locale induite par la formation d'un cratère n'affecte ni le processus biochimique, ni les propriétés physiques du granule, telles que sa capacité de sédimentation, sa porosité et sa forme globale, car la taille du cratère est relativement limitée. De plus, on est amené à penser que la formation du cratère favorise probablement la production de biogaz ainsi que l'efficacité de traitement de l'eau. Le cratère concave permet à la microbulle de croître sans détachement prématuré dans une certaine mesure, à une vitesse superficielle de liquide élevée, de sorte que le granule peut flotter facilement dans l'eau tant que la bulle n'est pas détachée et puisse se déplacer de façon plus homogène dans l'ensemble du réacteur.

En effet, la formation de cratère est un compromis entre la déformabilité du granule et la pression de Laplace lors de la croissance de la bulle qui est un processus relativement lent. Lorsque la bulle est petite, la pression de Laplace est plus importante que la résistance mécanique du granule, entraînant la déformation immédiate de ce dernier. La pression de Laplace diminue ensuite progressivement avec la croissance de la bulle et la déformation progressive du granule se poursuit et ne cesse que lorsque l'équilibre entre les deux mécanismes antagonistes est atteint. Ensuite, la taille du cratère n'est plus affectée par la bulle. De ce fait, la taille du cratère définitif correspond à la taille maximale de bulle dont la pression de Laplace peut tout juste compenser la résistance déformable du granule en l'absence de son détachement prématuré.

#### **4.2.4 Conclusion**

La méthode de Metzner-Otto est valable pour estimer une vitesse de cisaillement moyenne dans une cuve agitée en régime laminaire. Les résultats montrent que le débit optimal de méthane est obtenu à la vitesse de rotation 24 tr/min correspondant à une vitesse de cisaillement moyenne de  $6,8 \text{ s}^{-1}$ . La vitesse de cisaillement est favorable à la production de biogaz lorsque le transfert de matière est le facteur limitant. Au-delà d'un certain seuil, la sécrétion importante de PEC provoqué par une vitesse de cisaillement excessive conduit au colmatage des micropores pour l'acheminement de biogaz, défavorisant ainsi le débit de biogaz produit. D'autre part, la diminution de la teneur en méthane est principalement due à l'accumulation des AGV du fait de l'accélération du transfert de matière externe à une vitesse de cisaillement élevée. Par ailleurs, la vitesse de cisaillement et des collisions entre des granules et le ruban conduisent à la déformation de ces granules pour les aplatir à un rapport plus important entre les diamètres de Féret maximal et minimal. A micro-échelle, la formation

locale d'un cratère est découverte pour la première fois à l'extrémité du canal produisant le biogaz lors des essais en microréacteur. La formation du cratère est majoritairement causée par la nucléation et la croissance de la microbulle et son diamètre semble proportionnel à la taille de du canal d'acheminement du biogaz. La pression de compression exercée par la microbulle estimée par la loi de Laplace est comparable à la résistance mécanique du granule. La tension superficielle est quasiment indépendante de la composition en biogaz, mais varie avec les propriétés de la solution. A l'intérieur de granules très poreux, la présence de canaux extrêmement fins à nano- et micro-échelle favorisent le transport de substrat et de biogaz.

## Chapitre 5. Propriété de boues digérées

En plus de son application au traitement des eaux usées industrielles, la digestion anaérobie est aussi importante pour le traitement des déchets biodégradables, en particulier pour des boues d'épuration dont la quantité produite est en augmentation rapide. Par rapport à la digestion anaérobie de boues à la faible concentration (concentration en solide inférieure à 5%), celle à la concentration élevée est plus avantageuse, telle qu'un plus petit volume de réacteur, moins de l'énergie requise pour le chauffage, moins de frais du transport, moins de matière à traiter à l'étape suivante, et aussi la production de biogaz plus efficace (Guendouz et al., 2008). Néanmoins, la concentration élevée induit une augmentation significative de la viscosité et provoque alors la difficulté de pompage et de mélange qui affectent directement le transfert de matière et le processus anaérobie. Des zones mortes ou de faible circulation peuvent exister dans le digesteur (Baudez et al., 2011), ce qui altère la performance du système. En plus, la consommation énergétique qui doit être nécessairement considérée pour la conception du digesteur est étroitement liée à la rhéologie de boues digérées (Slatter, 2011). Ainsi, c'est indispensable de caractériser et quantifier le comportement rhéologique de boues digérées hautement concentrées.

### 5.1 Rhéologie de boues digérées

En tant qu'une matière pâteuse, des boues digérées hautement concentrées dispose d'un comportement solide au repos, se déforment arbitrairement suivant une force extérieure suffisante, et maintiennent presque son état lorsque la force applique est retirée (Coussot, 2007). Au repos, les composants constituants s'interagissent réciproquement pour former des microstructures, ce qui lui donne le caractère solide. Mais ces microstructures sont dépourvues d'ordre particulier à résister à la déformation. Elles se rompent et les boues digérées s'écoulent comme un fluide dès qu'une force suffisante est appliquée (Stokes & Frith, 2008).

#### 5.1.1 Mesure dynamique

Pour un matériau viscoélastique, le module de stockage  $G'$  représente l'énergie de stockage et caractérise l'aspect solide; le module de perte  $G''$  représente l'énergie dissipée et caractérise le comportement visqueux.

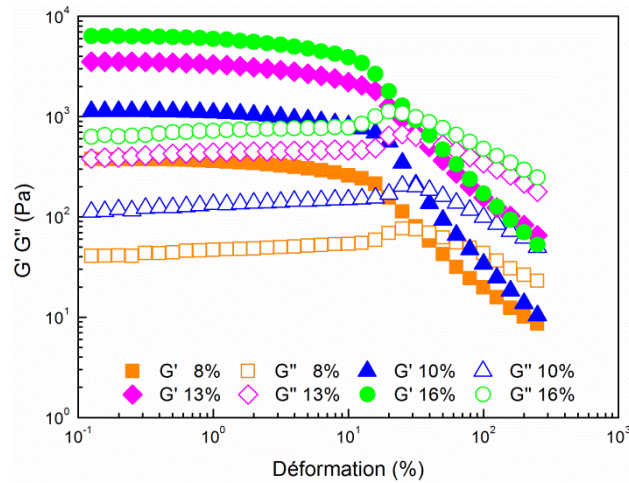


Figure 5.1. Evolution des modules de stockage  $G'$  et de perte  $G''$  en fonction de la déformation, à 35°C, pour différentes concentrations en solides.

Les résultats reportés sur la figure 5.1 montrent un comportement viscoélastique linéaire pour les boues digérées hautement concentrées, puisque  $G'$  et  $G''$  sont quasi constants aux faibles déformations.  $G'$  décroît considérablement à partir d'une déformation de 20%, alors que  $G''$  passe par un maximum avant de décroître également. Ces phénomènes simultanés de baisse rapide de  $G'$  et de maximum de  $G''$  autour de cette déformation critique suggèrent une modification substantielle de la structure à l'intérieur des boues digérées hautement concentrées. Cette évolution structurale peut être considérée comme une transition des caractéristiques d'un solide aux propriétés d'un liquide dans une certaine mesure. Ces résultats sont en accord avec les données de la littérature (Baudez et al., 2013a). Néanmoins le palier viscoélastique linéaire est plus long dans notre travail en raison de la concentration en solide plus importante.

L'effet de la concentration en solide sur le comportement élastique des boues digérées hautement concentrées est évident, même si les quatre paires de courbes  $G'$  et  $G''$  ont des évolutions similaires. Le module critique  $G_c$  est défini comme le point d'intersection des courbes  $G'$  et  $G''$  et la contrainte de cisaillement correspondante est considérée comme le seuil de contrainte dynamique  $\tau_{c\ dyn}$ . On peut aussi définir ce dernier par la fin du palier du module complexe  $G^*$ , mesuré par balayage en déformation.

Dans la gamme de concentration en solide étudiée, les deux grandeurs  $G_c$  et  $\tau_{c\ dyn}$  augmentent avec la concentration en solide selon les lois de puissance :  $\tau_{c\ dyn} \sim \varphi^{2.79}$  et  $G_c \sim \varphi^{3.15}$ , où  $\varphi$  est la concentration en solide (Figure 5.2a). Entre ces deux exposants, une légère différence est due au nombre insuffisant des points expérimentaux. La déformation critique  $\gamma_c$  est

pratiquement constante autour d'une valeur moyenne de  $0,326 \pm 0,031$  (Figure 5.2b). L'énergie de cohésion peut être estimée à partir de la valeur de la déformation critique et du seuil de contrainte dynamique:

$$E_c = 0,5\tau_{c\ dyn}\gamma_c \quad (5.1)$$

C'est une manière d'évaluer quantitativement des interactions à l'intérieur des boues digérées.

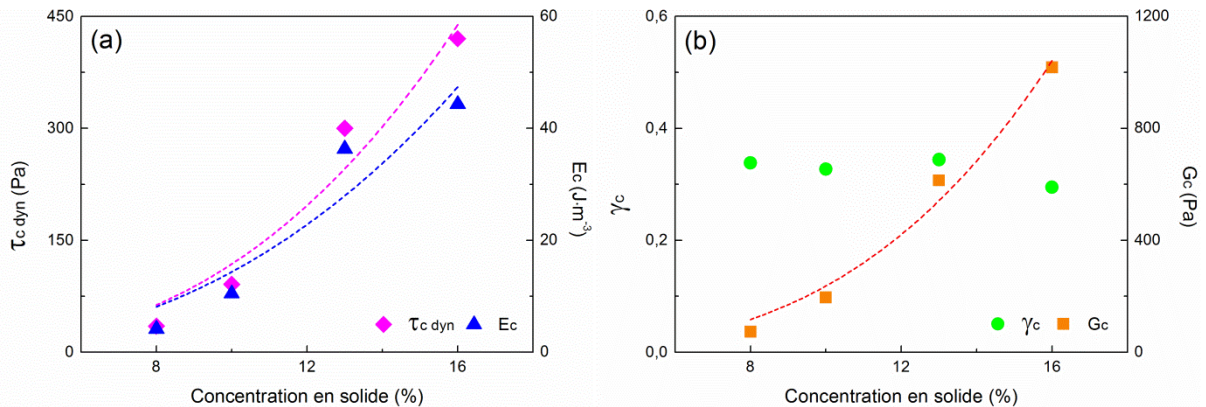


Figure 5.2. Paramètres rhéologiques en fonction de la concentration en solide : seuil de contrainte dynamique et énergie de cohésion (a) ; déformation critique de cisaillement et module critique (b).

Outre la concentration en solide, l'effet de la température est également étudié. Jusqu'à présent, seule son influence à faible concentration en solide a été signalée (Baudez et al., 2013b). Les mesures effectuées à trois températures différentes (Figure 5.3) révèlent des différences infimes, ce qui indique que l'effet de la température est plus faible que celui de la concentration en solide pour la gamme de température étudiée. On observe que le maximum de la courbe  $G''$  disparaît lorsque la température augmente indépendamment de la concentration en solide.

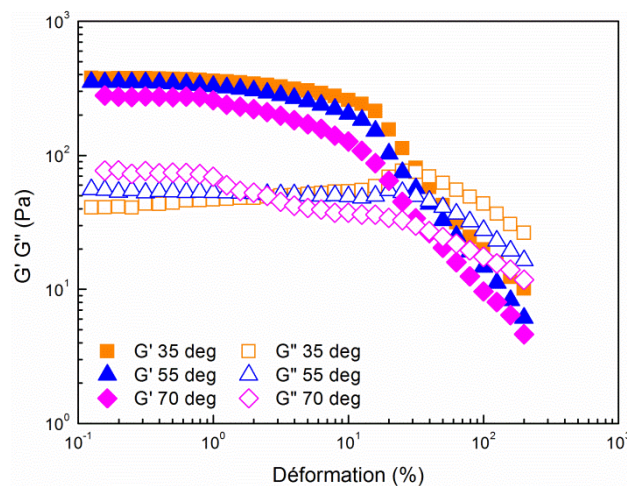


Figure 5.3. Evolution des modules de stockage  $G'$  et de perte  $G''$  en fonction de la déformation de cisaillement, à la concentration en solide de 8%, pour différentes températures.

Pour le balayage en fréquence, l'amplitude de la déformation en régime viscoélastique linéaire est fixée à 0,3%. Les courbes  $G'$  et  $G''$  aux différentes concentrations (Figure 5.4) sont quasi en parallèles dans la gamme de fréquence utilisée de 0,1 à 100 rad/s.  $G'$  augmente légèrement en fonction de la fréquence et un minimum peu significatif apparaît sur la courbe  $G''$ , à la fréquence intermédiaire. Ceci suggère que la structure de boues digérées hautement concentrées est suffisamment forte pour éviter un phénomène instable comme la sédimentation, ce qui est en accord avec les résultats précédents (Námer & Ganczarczyk, 1993). Par ailleurs,  $G'$  est plus élevé que  $G''$ , et on notera (Figure 5.5) que la viscosité complexe diminue linéairement en fonction de la fréquence dans le diagramme logarithmique et que la tangente de l'angle de phase  $\tan\delta = G''/G'$  est toujours inférieure à 0,25. Ce qui reflète un comportement élastique plus prononcé et l'existence d'un réseau stérique plus structuré à haute concentration.

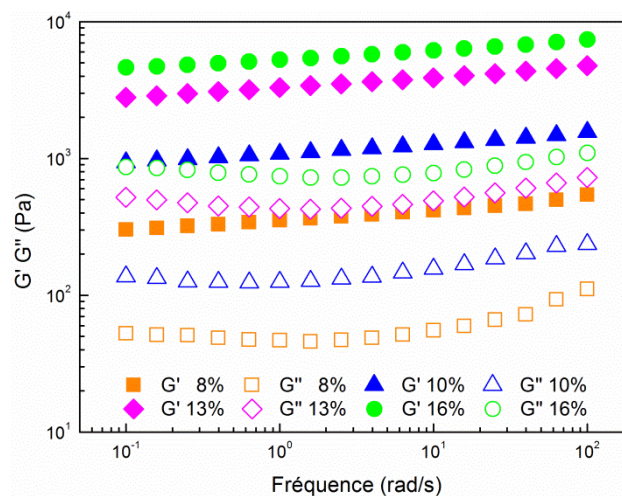


Figure 5.4. Evolution des modules de stockage  $G'$  et de perte  $G''$  en fonction de la fréquence, à 35°C, pour différentes concentrations en solide.

Le degré de dispersion des protéines et des polysaccharides est 20 fois plus grand après la digestion anaérobie, alors que le rapport entre protéine et polysaccharides reste quasiment inchangé (Mikkelsen & Keiding, 2002). Ceci signifie que des interactions entre des particules deviennent plus intenses pour consolider la structure, car plus des protéines et des polysaccharides sont dispersés de façon homogène, plus ils jouent un rôle de cohésion important dans l'organisation structurale.

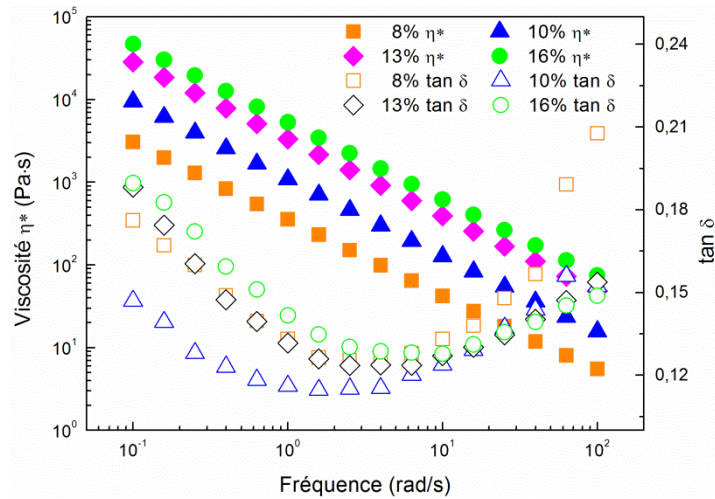


Figure 5.5. Evolution de la viscosité complexe et de la tangente de l'angle de phase  $\tan\delta$  en fonction de la fréquence, à 35°C pour différentes concentrations en solide.

### 5.1.2 Mesure d'écoulement

La Figure 5.6 illustre les rhéogrammes de boues  $\tau = f(\dot{\gamma})$  et  $\eta = f(\dot{\gamma})$  aux différentes concentrations en solide. Tous les échantillons présentent un comportement rhéofluidifiant avec un seuil de contrainte, ce qui est en accord avec l'étude précédente sur la rhéologie des boues moins concentrées provenant de la digestion anaérobie (Baudez et al., 2013a). En tenant compte des interactions et des déformabilités entre phases solide et liquide dans le cas de boues hautement concentrées, ainsi que de leur comportement plastique et rhéofluidifiant dans les gammes de concentration, de vitesse de cisaillement et de contrainte de cisaillement étudiée, le modèle de Herschel-Bulkley semble approprié pour décrire les résultats expérimentaux. Le seuil de contrainte d'écoulement augmente en fonction de la concentration en solide suivant la loi de puissance,  $\tau_c \sim \varphi^{3.1}$ . Si l'on compare les seuils de contrainte dynamique et d'écoulement pour un même échantillon, on note que le premier est généralement plus élevé que le second, mais reste du même ordre de grandeur (Tableau 5.1). C'est probablement du fait que le seuil de contrainte d'écoulement correspond au moment où la substance commence à s'écouler, tandis que le croisement des courbes  $G'$  et  $G''$  correspond à une réorganisation structurale à un instant précédant l'écoulement, lorsque on utilise la méthode dynamique. Selon (Baudez & Coussot, 2004), la transition progressive d'un solide élastique à un liquide visqueux découle de la propagation spatiale de l'interface entre les phases solide et liquide due à la contrainte, à la déformation ou à la fréquence imposées. Ceci pourrait expliquer la différence subtile entre les seuils de contrainte mesurés par les deux différentes méthodes.

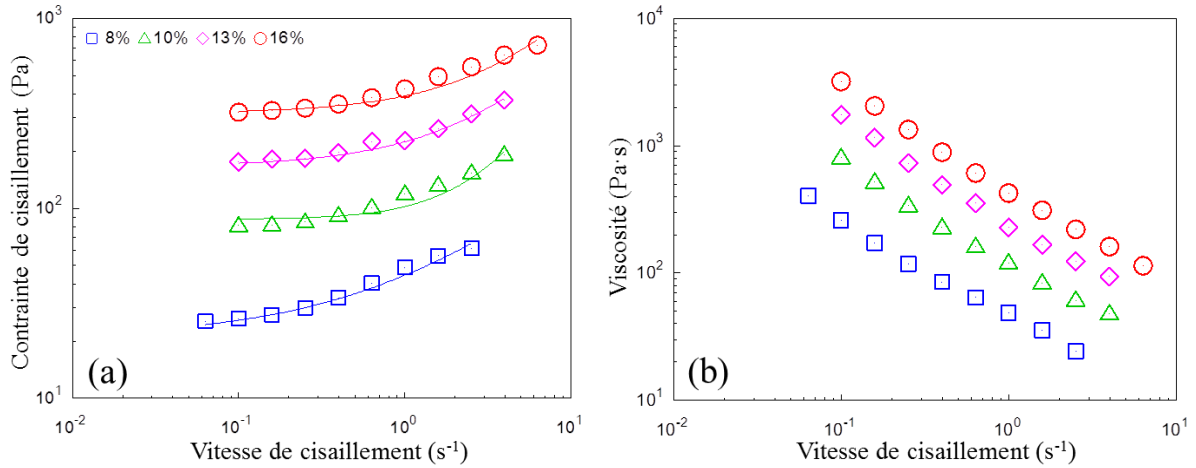


Figure 5.6. Rhéogrammes des boues digérées pour différentes concentrations en solide à 35°C : contrainte de cisaillement (a) ; viscosité (b).

Tableau 5.1. Contrainte de cisaillement obtenu respectivement par les mesures d'écoulement et dynamique.

Concentration en solide (%)	$\tau_c$ (Pa)	$\tau_{c \text{ dyn}}$ (Pa)
8	25,3	35
10	81	91
13	171	300
16	319,2	420

Selon l'approche de Coussot (Coussot, 1995),  $T = \tau / \tau_c$  et  $I^n = k \dot{\gamma}^n / \tau_c$  sont définis comme des variables sans dimension, où  $k$  et  $n$  sont des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley. La forme générale adimensionnelle du modèle de Herschel-Bulkley s'exprime donc de la façon suivante :

$$\tau = \tau_c + k \cdot \dot{\gamma}^n \Rightarrow T = 1 + I^n \quad (5.2)$$



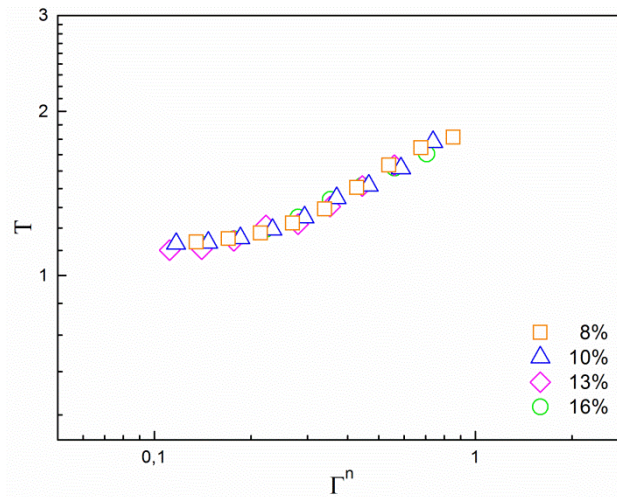


Figure 5.7. Courbe maîtresse d'écoulement pour différentes concentrations en solide à 35°C.

Une fois normées par le seuil de contrainte d'écoulement, les courbes pour toute concentration en solide à 35°C, se regroupent en une courbe maîtresse (Figure 5.7). Ce regroupement montre que le comportement microscopique des boues digérées hautement concentrées a pour origine une similitude dans des réseaux d'interactions entre des particules à l'intérieur des boues digérées aux différentes concentrations en solide (Baudez & Coussot, 2001; Baudez et al., 2011). L'existence de la courbe maîtresse démontre clairement que l'augmentation de la concentration en solide induit principalement la croissance du seuil de contrainte au travers d'un renforcement des interactions internes.

## 5.2. Impact d'une bille sur boues digérées

Les résultats précédents montrent la rhéologie de boues digérées hautement concentrées expérimentalement caractérisée par un rhéomètre sous l'écoulement et en mode dynamique. Toutefois, la méthode de caractérisation traditionnelle par la rhéométrie peut rencontrer des difficultés lors de cisaillement extrêmement élevé en raison de la nature très complexe comme une séparation de la phase. L'effet éponge lors du cisaillement dans une géométrie sur le rhéomètre relargue du liquide et le glissement ne permet plus d'assurer l'entraînement. Des mesures de rhéologie sont ainsi erronées. La méthode d'impact offre une alternative pour surmonter ce défaut et révéler sa dynamique transitoire qui est importante lors de la mise en circulation des digesteurs dans des situations industrielles. Cette méthode est généralement utilisée pour estimer les propriétés de la matière, telles que la résistance d'impact, la robustesse mécanique ou la déformabilité (Edelsten et al., 2010; Salmi et al., 2012).

## 5.2.1 Procédure expérimentale

Un récipient en verre (de diamètre de 40 mm, de profondeur de 25 mm) est rempli à plein de boues digérées. Une bordure droite est utilisée pour les compacter et enlever la partie surabondante, et aussi pour faire la surface des boues digérées plane et lisse. La largeur du récipient est assez grande par rapport à celle de bille en verre dont les diamètres sont respectivement 3, 4, 5 mm et la masse volumique  $\rho_b$  est de  $2600 \text{ kg/m}^3$ . Ainsi, la profondeur du récipient est aussi suffisante pour cette étude, de sorte que les effets de la paroi et du fond du récipient peuvent être négligés (Seguin et al., 2008). Les expériences sont effectuées en laissant tomber une bille d'un porteur positionné à une certaine hauteur au-dessus du centre de la surface de boues digérées dans le récipient. La vitesse de l'impact dépend de la hauteur de chute libre  $h$  variant dans la gamme de 150 à 500 mm qui est mesurée du bord inférieur de la bille jusqu'à la surface de boues digérées par une jauge de hauteur. Grâce à la traînée de l'air négligeable dans cette étude, la vitesse de chute libre s'exprime par l'équation  $v_0 = \sqrt{2gh}$  qui est assez précise pour calculer la vitesse d'impact, où  $g$  est l'accélération gravitationnelle de  $9,8 \text{ m/s}^2$  (Range & Feuillebois, 1998). Due à la hauteur limitée, la vitesse d'impact varie de 1,7 à 3,1 m/s qui est beaucoup plus faible que la vitesse terminale (Tableau 5,2).

Tableau 5.2. Vitesse terminale en l'air pour les différentes billes en verre.

Diamètre des billes (mm)	3	4	5
Vitesse terminale (m/s)	13,8	15,9	17,8

Le processus d'impact est éclairé par un panneau d'éclairage et visualisé par une caméra rapide. La taille et la résolution de chaque image sont respectivement  $640 \times 480$  pixel et  $65 \mu\text{m}/\text{pixel}$ . Dans l'intervalle de deux expériences successives, des boues digérées sont compactées et lissées une fois encore afin d'effacer le cratère laissé par l'impact précédente. On procède à un ajout de boues digérées quand cela se révèle nécessaire. La profondeur de la pénétration  $z$  en fonction du temps et la dimension du cratère d'impact sont obtenues à l'aide de l'analyse des images, où  $z$  est mesuré du niveau de la surface initiale de boues digérées au bord inférieur de la bille. Du fait de l'opacité de boues digérées, le mouvement du bord supérieur de la bille est mesuré pour obtenir une courbe de  $z(t)$  lisse. La précision de  $z$  est  $130 \mu\text{m}$  du fait que le bord de la bille occupe deux pixels dans les images. Par ailleurs, les positions horizontale et inclinée à l'angle de 45 degré de la caméra rapide sont réglées pour visualiser le processus d'impact et la dimension du cratère. Le diamètre et la profondeur du

cratère sont respectivement définis comme ceux de la cave maximale lorsque la bille atteint au point le plus bas et déterminé par la valeur moyenne des trois mesures répétées.

## 5.2.2 Stabilité de boues digérées

La concentration en solide de boues digérées utilisées dans cette partie du travail est 14,9%. On peut obtenir son seuil de contrainte qui est 266 Pa par une adaptation des données au modèle de Herschel-Bulkley (Figure 5.8a). Le comportement élastique prédominant et la stabilité de deux modules en fonction de la fréquence révèlent une structure suffisamment stable de boues digérées pour éviter une sédimentation sur une période courte (Jiang et al., 2014), ce qui est très important pour la reproductibilité des expériences d'impact (Figure 5.8b).

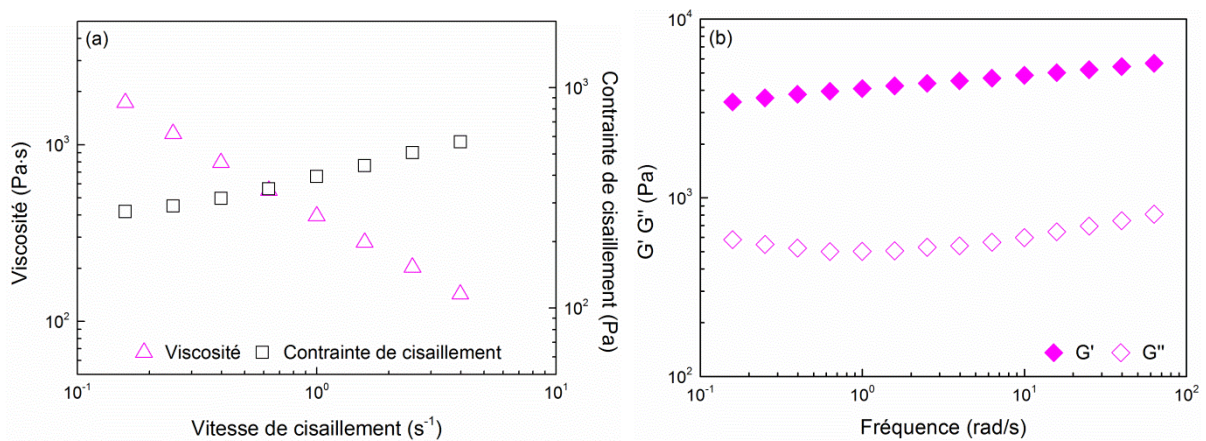


Figure 5.8. Rhéologie de boues digérées à 20°C effectué par la mesure d'écoulement (a) et le balayage de fréquence à la déformation à 0,3% (b).

## 5.2.3 Module de Young

Par ailleurs, une mesure est effectuée par le pénétromètre destiné à estimer le module de Young avant les expériences d'impact. La vitesse de déplacement de l'aiguille cylindrique est extrêmement lente, étant 0,1 mm/s. L'un des résultats expérimentaux est reporté sur la figure 5,9 qui montre une évolution de la résistance mécanique de boues digérée consiste successivement en trois étapes, l'étape élastique, l'étape viscoélastique et l'étape visqueuse (Figure 5,9). Dans l'étape élastique et l'étape visqueuse, la résistance mécanique dépend quasi linéairement du déplacement de l'aiguille cylindrique. Les pentes de ces deux étapes sont séparément liées au module de Young et à la viscosité apparente de boues digérées. La valeur moyenne de la pente à la période initiale de l'étape élastique est de 41 N/m environ. En outre, le déplacement de l'aiguille cylindrique avant de l'étape visqueuse qui est approximativement

2 mm peut servir à la hauteur initiale effective pour estimer le module de Young  $E$  qui vaut à 11,6 kPa.

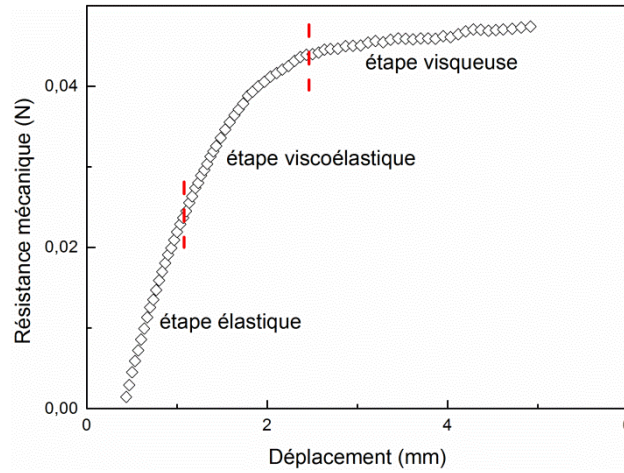


Figure 5.9. Résistance mécanique de boues digérées évolue en fonction du déplacement de l'aiguille cylindrique lors d'une mesure de pénétrométrie.

### 5.2.4 Processus d'impact et dimension du cratère

Le moment où la bille touche à la surface de boues digérées est défini comme le temps d'impact initial, soit  $t = 0$  (Figure 5.10). Ceci peut se vérifier par la dérivation de la courbe de chute libre  $z(t)$ . La surface de boues digérées est définie comme la profondeur originale de la pénétration  $z = 0$ . Ainsi, le bord inférieur de la bille touche la surface de boues digérées au moment où  $t = 0$  et  $z = 0$ .

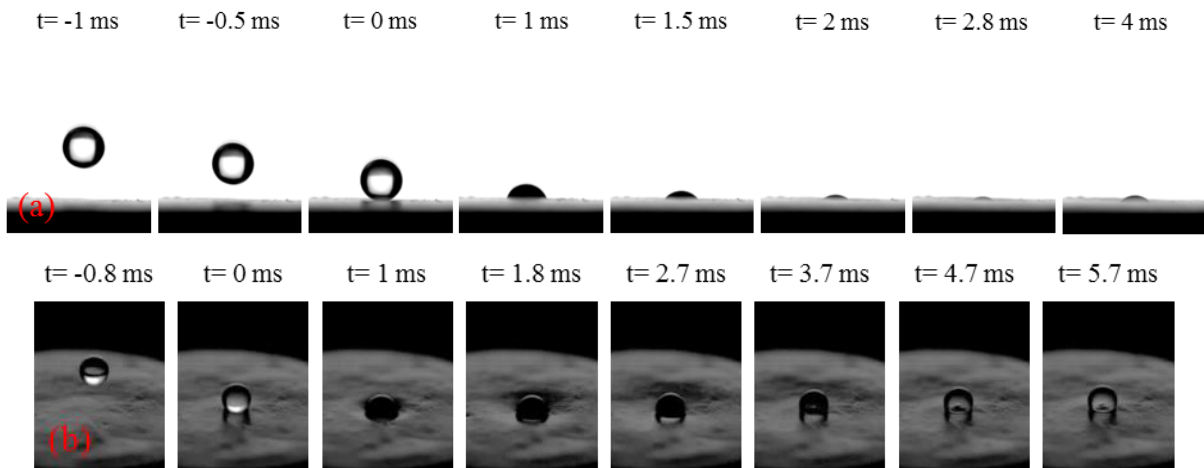


Figure 5.10. Processus d'impact capturé par la camera rapide aux positions horizontale (a) et inclinée à l'angle  $45^\circ$  (b) en utilisant une bille de verre de 4 mm de diamètre libérée à la hauteur de 500 mm.

On définit le sens négatif vers le haut de l'axe de  $z$ . Donc l'accélération gravitationnelle  $g$  est positive, tandis que la trainée et la résistance sont négatives. La vitesse instantanée  $v(t)$  et l'accélération instantanée  $a(t)$  sont respectivement obtenues par la dérivation première et la dérivation secondaire de la courbe lisse  $z(t)$  avec une fluctuation acceptable (Figure 5.11).

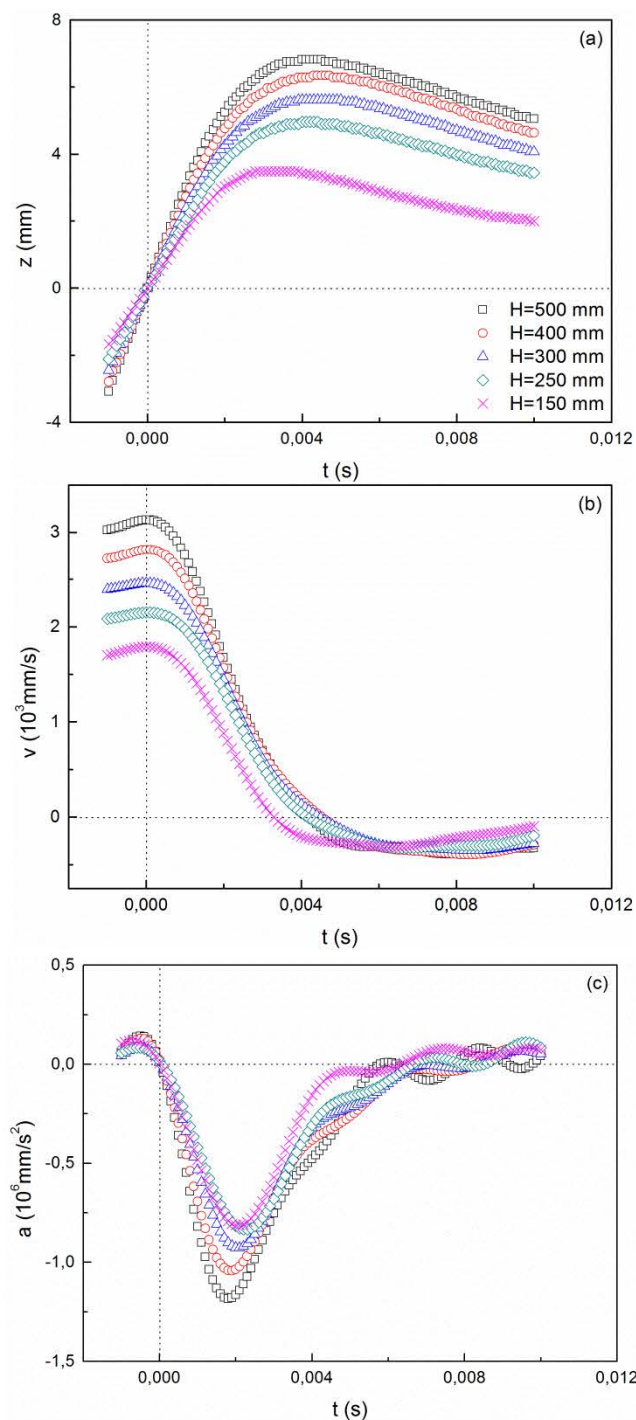


Figure 5.11. Données dynamiques originales  $z$ ,  $v$ ,  $a$  vs.  $t$  pour l'impact d'une bille de verre de 5 mm de diamètre libérée aux différentes hauteurs. Tous les impacts montrent une tendance

du rebond grâce à l'élasticité de boues digérées. La décélération maximale se produit autour de  $t = 1\sim 2$  ms.

Lors du processus d'impact, la viscosité dicte la partie dissipée de l'énergie et l'élasticité impose la partie conservée de l'énergie. L'oscillation de la bille est observée accompagnant la croissance du cratère et sa récupération. En même temps que le cratère croît, la bille presse boues digérées environnantes jusqu'à une profondeur maximale où le diamètre du cratère est ainsi défini. Une fois la profondeur maximale est atteinte, la bille s'oscille vers le haut et le cratère se récupère. La bille subit une oscillation amortie plusieurs fois avant de s'immobiliser finalement dans les boues digérées, ce qui est similaire à la première partie des phénomènes dans un impact de la goutte viscoélastique sur une interface air-liquide (Pregent et al., 2009). Par ailleurs, le diamètre du cratère évolue comme une fonction exponentielle du diamètre de la bille et de la hauteur de chute, alors que sa profondeur est plutôt une fonction logarithmique de ces deux grandeurs (Figure 5.12).

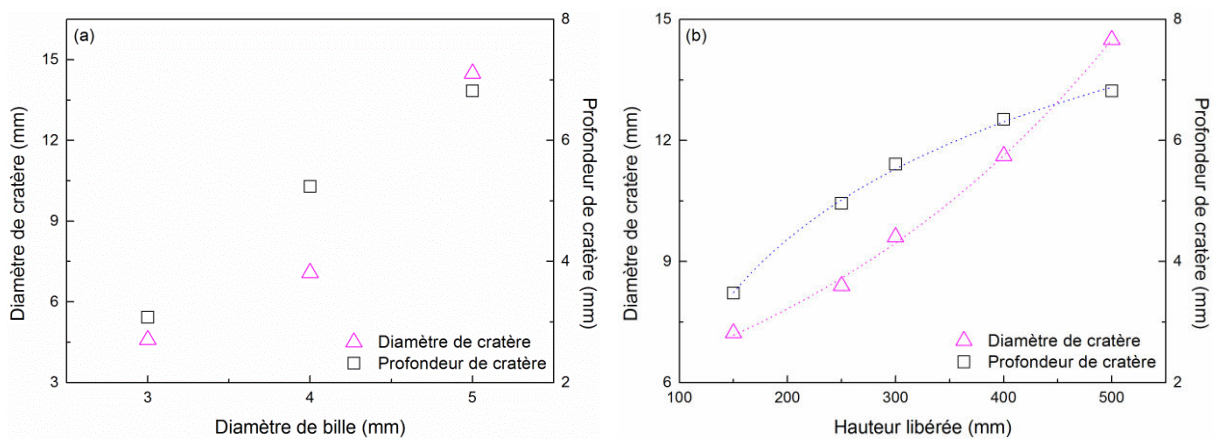


Figure 5.12. Evolutions du diamètre et de la profondeur de cratère en fonction du diamètre de la bille libérée à la hauteur de 500 mm (a) et en fonction de la hauteur libéré avec une bille de 5 mm de diamètre (b).

L'effet du diamètre est simplement étudié avec trois billes en verre de différents diamètres. La tendance quantitative similaire avec une différence limitée mais significative entre eux est observée. La plus grande bille conduit à la pénétration plus profonde, à la décélération plus lente et à l'oscillation temporelle plus longue (Figure 5.13).

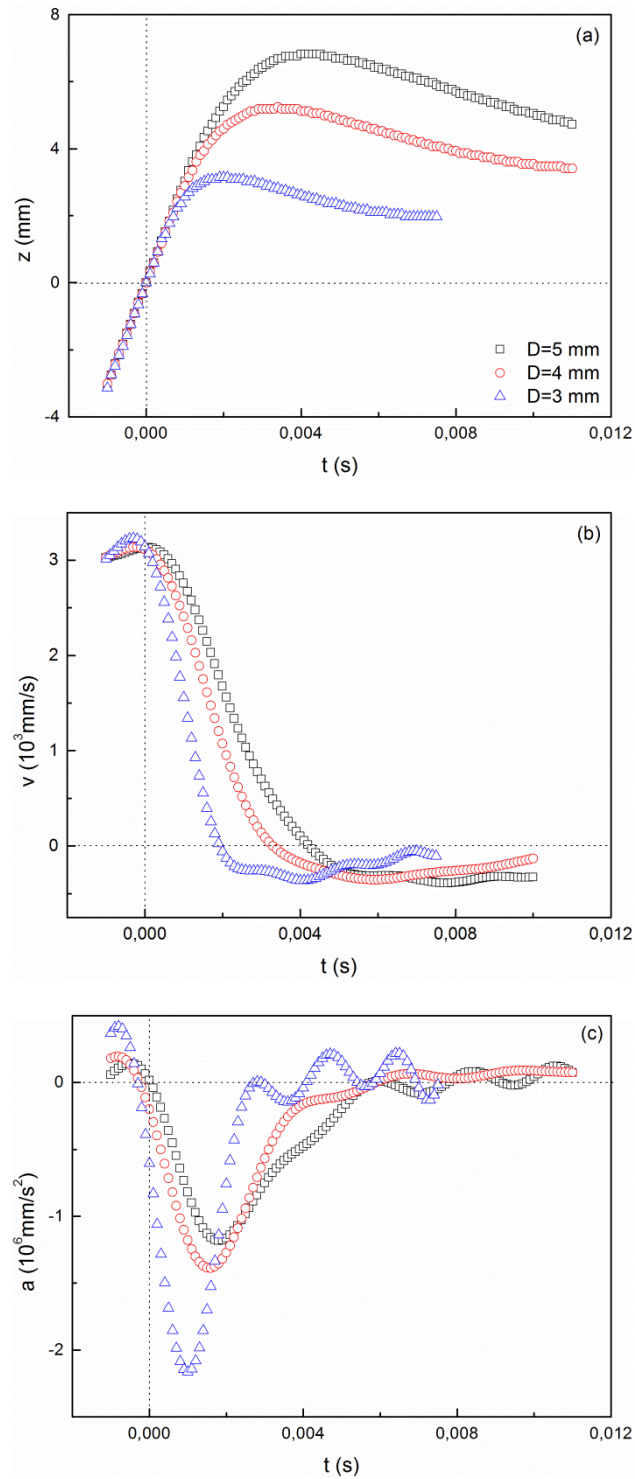


Figure 5.13. Données dynamiques originales  $z$ ,  $v$ ,  $a$  vs.  $t$  avec les billes de différents diamètres libérées à la même hauteur de 500 mm.

### 5.2.5 Bilan des forces

L'analyse des forces pour le processus d'impact d'une bille est décrite ci-dessous :

$$\sum F = mg - F_{\eta} - F_E \quad (5.3)$$

où  $F$ ,  $mg$ ,  $F_\eta$  et  $F_E$  sont respectivement la force résultante exercée sur la bille, la force gravitaire, la trainée liée au frottement et la résistance dépendant de la profondeur de pénétration. Compte tenu de la faible vitesse d'impact et de la légère profondeur de pénétration dans ce travail, on peut établir une simple relation linéaire visant à l'estimation de  $F_\eta$  et  $F_E$ . Cette hypothèse signifie que le modèle de la trainée établie est phénoménologique et il ne prend pas en compte de l'effet de la tension superficielle, de la plasticité, de l'adhésion et etc.

Ainsi, la loi de Stokes en régime laminaire  $F_\eta = 3\pi d\eta v$ , où  $\eta$  est la viscosité, peut calculer la trainée visqueuse, même s'il s'applique au faible nombre de Reynolds et dans un fluides à viscosité constante. Quant à la résistance élastique liée à la déformation de boues, on peut utiliser une relation simplifiée  $F_E = E_d(z/L)S$ , où  $S$ ,  $L$  et  $E_d$  sont respectivement la section maximum de la calotte sphérique immergée dans les boues digérées, la hauteur de boues digérées (25 mm) et le module élastique d'impact.  $S = (\pi/4)(\xi d)^2$ , où  $\xi$  est un facteur de la forme dépendant de la profondeur de pénétration. Pour  $z \geq d/2$ ,  $\xi = 1$ ; pour  $z \leq d/2$ ,  $\xi = 2\sqrt{(z/d)[1 - (z/d)]}$ . Puis l'équation (5.3) devient

$$\sum F = mg - 3\pi d\eta v - (\pi/4)(\xi d)^2 E_d(z/L) \quad (5.4)$$

Remplaçant  $F$  par  $ma$  selon la loi de Newton et divisant par  $m$  dans de l'équation (5.4), on peut obtenir l'accélération globale du phénomène d'impact :

$$a = g - 3\pi d\eta v/m - (\pi/4)(\xi d)^2 E_d(z/L)/m \quad (5.5)$$

Ensuite, les données dynamiques sont analysées par la dérivation de l'équation (5.5). Lorsque les courbes de  $a$  vs.  $v$  sont tracées pour certaines valeurs de  $z$  fixes, les pentes de ces courbes correspondent à  $3\pi d\eta/m$ . De ce fait, la viscosité  $\eta$  peut être déduite dès lors que les autres paramètres soient connus. La méthode similaire convient également à l'estimation de  $E_d$  à partir de la relation de  $a$  vs.  $z$  pour certaines valeurs de  $v$ . Cette méthode était adoptée avec succès dans les études antérieures (Ara & Katsuragi, 2013; Katsuragi & Durian, 2013; Katsuragi & Durian, 2007). Quelques valeurs de  $z_i$  (ou  $v_i$ ) fixes sont tout d'abord choisies pour extraire les points des  $a_i$  et  $v_i$  (ou  $z_i$ ) correspondant provenant de données dynamiques (Figure 5.11). Une interpolation linéaire est effectuée pour les données expérimentales afin de couvrir les valeurs de  $z_i$  arbitrairement choisies. La longueur des barres d'erreur dénote la différence entre le point interpolant et les données expérimentales.



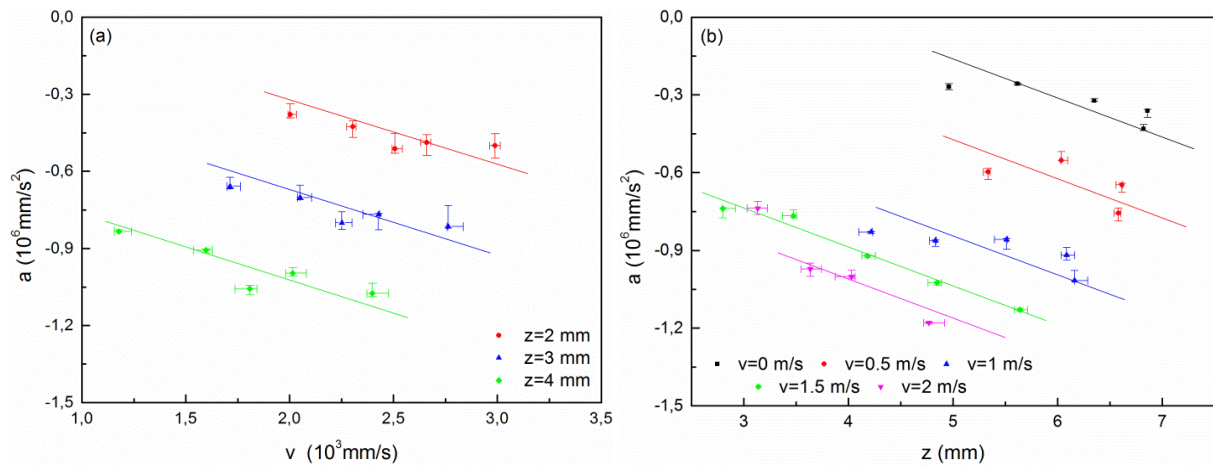


Figure 5.14. Accélération  $a$  vs. vitesse  $v$  à certaines profondeurs de pénétration fixes  $z$  (a) ; accélération  $a$  vs. profondeur de pénétration  $z$  à certaines vitesses fixes  $v$  (b) pour une bille de 5 mm de diamètre.

Bien que les données dynamiques en régime transitoire soient éparpillées par rapport aux résultats de la rhéologie et montrent un comportement plutôt non linéaire dans une certaine mesure, une analyse linéaire de l'approximation au premier ordre est tout de même effectuée pour apprécier la viscoélasticité d'impact de boues digérées. La pente de chaque série de données est employée pour estimer la viscosité et l'élasticité d'impact (Figure 5.14). La tendance similaire en parallèle implique que la viscosité d'impact  $\eta$  (ou l'élasticité d'impact  $E_d$ ) est quasi indépendante de la profondeur de pénétration (ou la vitesse). Il est possible d'estimer une pente moyenne arithmétique à partir de ces valeurs très proches dans les différentes configurations. Par ailleurs,  $\zeta$  est toujours de 1 dans ce travail en tenant compte de  $z \geq d/2$  pour  $v$  fixe.

Les valeurs estimées de  $\eta$  et de  $E_d$  sont approximativement  $\eta = 0,95 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ ,  $E_d = 32,5 \text{ kPa}$ .  $E_d$  est du même ordre de grandeur que le module de Young  $E$  mesuré par le pénétromètre, i.e.,  $E_d \sim 3E$ . L'écart entre ces deux modules est probablement dû aux différentes méthodes utilisées où la vitesse entrant des boues digérées a une différence de l'ordre de grandeur de  $10^4$ . D'un point de vue élargi, l'élasticité d'impact est utile pour connaître la propriété mécanique de la matière. La viscosité d'impact est beaucoup plus faible que la viscosité mesurée par le rhéomètre, car la vitesse de cisaillement minimale pour la bille de diamètre de 5 mm est à peu près de  $342 \text{ s}^{-1}$  (estimer selon  $\dot{\gamma} = v_0/d$ ) lors du processus d'impact. La contrainte de cisaillement exercée sur boues digérées est donc 325 Pa, cette valeur est beaucoup plus importante que le seuil de contrainte mesuré par le rhéomètre. Ceci suggère que les vitesses d'impact aux hauteurs de la libération sont suffisantes pour que la bille pénètre dans les boues

digérées sur un intervalle très court et laisse un creux à la surface. Mais ces vitesses ne sont pas suffisamment importantes pour que les billes puissent pénétrer entièrement au sein des boues digérées. Si la hauteur de la chute libre est augmentée (à condition que les billes n'aient atteint la vitesse terminale), la profondeur sera plus prononcée avec une pénétration plus significative. Toutefois, des mesures de la profondeur ne seront pas aisées en raison de l'opacité de boues.

Le nombre de Reynolds dans le liquide  $Re = \rho_s v_0 d / \eta$  (où  $\rho_s$  est la masse volumique des boues digérées) qui signifie le rapport entre les forces inertielle et visqueuse. Dans notre cas, comme  $\rho_s = 1200 \text{ kg/m}^3$ ,  $v_0 = 3,1 \text{ m/s}$ ,  $d = 5 \text{ mm}$ ,  $\eta = 0,95 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ , on obtient  $Re = 19,6$  qui est le nombre de Reynolds maximal dans cette partie d'étude, car les maxima de la vitesse d'impact et du diamètre de la bille sont utilisés pour cette estimation. En théorie, la trainée visqueuse est dominante pour les  $Re$  inférieurs à 10. Dans notre cas, bien que le  $Re$  puisse être légèrement supérieur à 10 du fait de la propriété complexe des boues digérées et de la précision de mesure, la loi de Stokes reste globalement valable et donne des résultats d'estimation satisfaisants.

Les forces de l'impact liées aux contributions élastique et visqueuse sont du même ordre de grandeur qui est approximativement  $10^{-1} \text{ N}$ . Les propriétés élastique et visqueuse sont également importantes lors de processus d'impact. Des boues digérées absorbent une partie de l'énergie dynamique de la bille et la transforment en énergie élastique. Une autre partie de l'énergie est dissipée par la trainée visqueuse en formant un creux autour de la bille. L'énergie élastique se dissipe par une relaxation oscillatoire dans le temps et est amortie progressivement par la force visqueuse pour la réorganisation structurale de boues digérées.

La vitesse d'onde de Rayleigh  $c_R = A c_s$  peut être utilisée pour évaluer le temps de la propagation d'onde élastique vers la paroi du récipient, où  $A$  est un coefficient dépendant de coefficient de Poisson,  $c_s$  est la vitesse du son.  $A \cong 0.9$  au faible coefficient de Poisson dans ce travail (Roché et al., 2013) et  $c_s$  peut être évalué par  $c_s = \sqrt{E/\rho_s}$ . Connaissant la masse volumique de boues digérées et le module élastique d'impact :  $\rho_s = 1200 \text{ kg/m}^3$  et  $E_d = 32,5 \text{ kPa}$ , on obtient  $c_s = 5,2 \text{ m/s}$ . L'onde élastique met environs 3,8 ms pour atteindre la paroi du récipient, comparable au temps de la décélération totale de la bille, ce qui justifie la négligence initiale de l'effet de la paroi dans cette étude.

De plus, la robustesse de boues digérées peut être évaluée par la pression du choc qui s'exprime comme  $P_i = \rho_s c_s v_0$ . Avec  $\rho_s = 1200 \text{ kg/m}^3$ ,  $c_s = 5,2 \text{ m/s}$  et  $v_0 = 3,1 \text{ m/s}$  pour le cas de  $h = 500 \text{ mm}$ , on obtient  $P_i = 19,3 \text{ kPa}$ .

## 5.2.6 Conclusion

Les résultats expérimentaux montrent que des boues digérées hautement concentrées ont un comportement rhéofluidifiant et un seuil de contrainte à la mode d'écoulement, un comportement viscoélastique à la mode dynamique, ce qui est logiquement comparable à la matière pâteuse. Au deçà du seuil, des boues se comportent comme un solide. Dès que la contrainte appliquée dépasse le seuil, ils commencent à s'écouler et leur viscosité diminue avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Le modèle de Herschel-Bulkley semble approprié pour décrire les résultats expérimentaux d'écoulement. De plus, une courbe maîtresse est obtenue en normant par le seuil de contrainte d'écoulement pour toutes les concentrations en solide à 35°C. Une augmentation de la concentration en solide renforce le seuil de contrainte et l'énergie de cohésion, suivant les lois de puissance. Cependant, l'effet de la température est beaucoup plus faible par rapport à celui de la concentration en solide. On peut interpréter cette observation par des interactions accrues dans des réseaux qui renforcent la structure des boues digérées à la haute concentration.

En outre, des boues digérées hautement concentrées ont une structure suffisamment stable pour éviter une éventuelle sédimentation sur une période courte. Lors des expériences d'impact par une bille de verre lâchée à une hauteur, une oscillation amortie après l'impact est observée. Le diamètre du cratère évolue comme une fonction exponentielle du diamètre de la bille et de la hauteur de chute, alors que sa profondeur est plutôt une fonction logarithmique de ces deux dernières grandeurs. La dynamique transitoire d'impact révèle que le module de l'élasticité évaluée par un modèle simplifié de la trainée corrobore le module de Young mesuré par un pénétromètre. On peut également remarquer que l'ordre de grandeur de la viscosité d'impact est raisonnable, car la contrainte de cisaillement estimée à partir de la valeur de cette viscosité est supérieure à la contrainte seuil, ce qui correspond au phénomène du cratère formé lors de l'impact. Ces résultats préliminaires indiquent que des expériences d'impact pourraient constituer une méthode de contrôle efficace sur le terrain pour évaluer rapidement ces propriétés de boues concentrées avant de passer à des tests plus précis sur des appareils tels que rhéomètre au laboratoire de contrôle de qualité ou centre R&D d'une entreprise.



## Conclusion générale

Au cours de ce travail, une étude approfondie a été menée dans le but d'intensifier le procédé de digestion anaérobie et d'améliorer la production de biogaz. L'étude a porté d'une part sur le procédé anaérobie de traitement des eaux usées à travers des expériences hydrodynamiques réalisées à la fois en maquette froide dans un réacteur de type IC et en maquette chaude dans une cuve agitée, d'autre part, sur les propriétés rhéologiques des boues digérées hautement concentrées, à travers des mesures rhéologiques et l'impact de billes de verre sur des boues digérées pour le traitement des boues d'épuration.

L'hydrodynamique dans un réacteur de type IC a été étudiée en mesurant les champs de vitesse par PIV et en analysant les images obtenues avec la caméra rapide. L'étude s'est tout d'abord focalisée sur la vitesse de circulation du liquide dans la jambe de descente, paramètre hydrodynamique important intimement lié à la présence des trois phases dans ce type de réacteur. Les résultats expérimentaux montrent que la vitesse de circulation du liquide augmente avec la vitesse superficielle du gaz et diminue très faiblement avec l'augmentation du débit du liquide entrant et ceci aussi bien en présence qu'en l'absence de boues granulaires. Toutefois, une diminution de la vitesse de circulation du liquide est obtenue en présence de boues granulaires à cause de l'augmentation des frottements dans le lit de boues granulaires qui favorise la coalescence des bulles, induisant ainsi une diminution de la rétention du gaz. De ce fait, la vitesse de circulation du liquide dépend davantage de l'écoulement de la phase gazeuse que celui de la phase solide, l'influence du débit de liquide entrant étant la plus faible des trois dans le domaine de débits étudié.

Au premier étage du réacteur 3D fonctionnant en milieu triphasique, il est difficile de mesurer un champ de vitesse à cause de l'opacité du milieu. C'est pourquoi un réacteur 2D a été utilisé pour étudier l'effet des bulles sur la vitesse de cisaillement et les interactions entre bulles et granules. La vitesse de cisaillement dépend de la taille des bulles plutôt que du débit de gaz, car une grosse bulle possède une vitesse ascensionnelle plus importante dans le liquide. La surface du granule de boue subit un cisaillement plus élevé que le cisaillement moyen à cause de sa sédimentation. La taille des bulles affecte également les types d'interactions bulle-granule. Les granules distribués dans l'espace du réacteur jouent un rôle d'obstacle qui affecte les bulles lors de leur ascension, et constituent une suspension ayant un comportement rhéofluidifiant.

Une étude de même type a été menée en maquette chaude, dans une cuve agitée afin de caractériser l'effet d'une vitesse moyenne de cisaillement sur la production de biogaz et sur les caractéristiques physiques des boues granulaires. La validation de la méthode de Metzner-Otto destinée à quantifier une vitesse moyenne de cisaillement est d'abord effectuée dans la cuve agitée. Les résultats montrent que le débit de biogaz passe par un maximum pour une vitesse de cisaillement moyenne de  $6,8 \text{ s}^{-1}$ , correspondant à une vitesse de rotation de 24 tr/min. Ce maximum est principalement issu des effets antagonistes liés à la vitesse de cisaillement. D'une part, une forte vitesse de cisaillement favorise la production de biogaz en intensifiant le processus de transfert de matière. D'autre part, au-delà d'un certain seuil, la sécrétion importante de PEC provoquée conduit au colmatage des micropores permettant l'acheminement du biogaz, et diminue ainsi le débit de biogaz produit. Quant à la teneur en méthane, on observe sa diminution continue lorsque la vitesse de cisaillement croît, ceci est dû à l'accumulation des AGV qui contribue également à la baisse de la production de biogaz. Par ailleurs, la déformation des granules par cisaillement et collision conduit à un rapport plus important entre les diamètres de Féret maximal et minimal, à masse volumique inchangée. La déformation surfacique du granule comme matière molle pourrait également jouer un rôle dans l'obturation partielle du pore.

A micro-échelle, la production de microbulles de biogaz provoque aussi la déformation locale du cratère qui est situé à l'extrémité du canal d'acheminement du biogaz et qui est découvert pour la première fois. Le diamètre de ce cratère est proportionnel à la taille du pore dans une certaine mesure. La tension superficielle du biogaz est quasi indépendante de sa composition, mais varie avec les propriétés de la solution. La pression de compression de la microbulle estimée à partir de la loi de disjonction de Laplace se révèle être raisonnablement du même ordre de grandeur que la résistance mécanique du granule.

Enfin, l'étude s'attache aux propriétés rhéologiques de boues digérées hautement concentrées provenant de la digestion anaérobie de boues d'épuration. Les résultats rhéologiques montrent que les boues digérées hautement concentrées sont comparables à une matière pâteuse ayant un comportement rhéofluidifiant à seuil de contrainte et un comportement viscoélastique. Le modèle de Herschel-Bulkley semble approprié pour décrire la propriété d'écoulement et une courbe maîtresse peut être obtenue après avoir normé les courbes obtenues par le seuil de contrainte d'écoulement pour toutes les concentrations en solide à  $35^\circ\text{C}$ . L'effet de la concentration en solide est beaucoup plus significatif que l'effet de la température tant pour les boues digérées hautement concentrées que pour les suspensions de boues granulaires.

Par ailleurs, une série d'expériences a été réalisée pour étudier l'impact, sur des boues digérées hautement concentrées, d'une bille de verre lâchée à une certaine hauteur. Une oscillation amortie après l'impact est observée systématiquement. Le diamètre du cratère évolue de façon exponentielle avec le diamètre de la bille et la hauteur de chute tandis que sa profondeur est une fonction logarithmique de ces deux grandeurs. Un modèle simplifié de la trainée est établi pour estimer le module d'élasticité et la viscosité d'impact. Le module d'élasticité est du même ordre de grandeur que le module de Young mesuré par le pénétromètre. Ces résultats révèlent la dynamique transitoire des boues digérées hautement concentrées qui constitue une caractéristique importante lors de la mise en circulation des digesteurs dans des situations industrielles. La fiabilité de la méthode d'impact se révèle aussi efficace pour évaluer les propriétés de boues concentrées sur place.





# Perspectives

Après la synthèse des principaux résultats relatifs à la digestion anaérobie pour le traitement des eaux usées et des boues d'épuration, nous présentons dans ce qui suit quelques perspectives de recherches susceptibles de compléter ce travail et d'ouvrir de nouvelles voies d'étude sur ce thème.

La Figure P.1 montre en détail les interactions entre les facteurs d'influence pour deux types de processus anaérobies. Les lignes noires correspondent aux travaux déjà réalisés tandis que la ligne rouge représente les études à envisager et à compléter, qui relèvent en fait de l'hydrodynamique dans la digestion anaérobie de boues d'épuration.

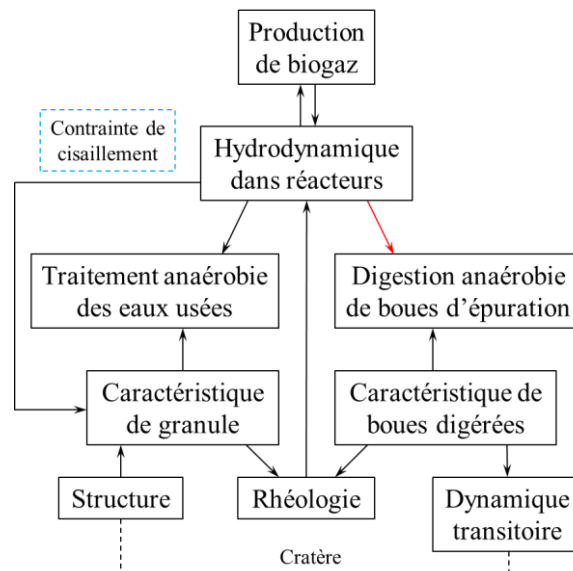


Figure P.1. Interactions des facteurs d'influence pour le traitement anaérobie des eaux usées et des boues d'épuration.

En général, lors de la digestion anaérobie de boues d'épuration, l'agitation est réalisée de façon mécanique ou complétée par l'injection de biogaz. Compte tenu de l'opacité des boues digérées, une suspension transparente de Laponite pourrait simuler les boues digérées, ce qui permettrait de mesurer les champs de vitesse dans le réacteur. Les suspensions de Laponite ont un comportement rhéofluidifiant prononcé, donc similaire à la propriété rhéologique des boues digérées (Figure P.2). Les travaux de la littérature révèlent, dans le cas d'un processus d'agitation contenant un fluide à seuil, l'existence, autour du mobile, d'une caverne bien mélangée entourée par une région stagnante (Amanullah et al., 1997). Les expériences devraient être conduites en maquette froide afin de mieux comprendre les effets de la vitesse

de rotation, de la concentration en Laponite et de la géométrie du mobile sur la dimension de la cavité et l'efficacité de l'agitation. Un exemple de champ de vitesse dans une cuve agitée contenant la suspension de Laponite est illustré sur la figure P.3.

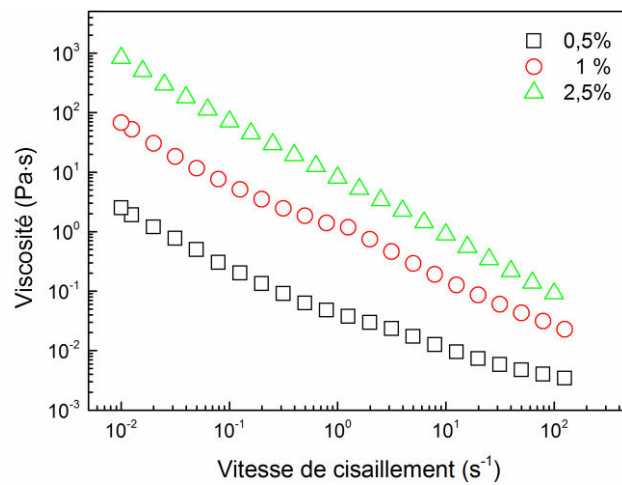


Figure P.2. Courbes d'écoulement des suspensions de Laponite 0,5%, 1% et 2,5% en balayage décroissant à 20°C.

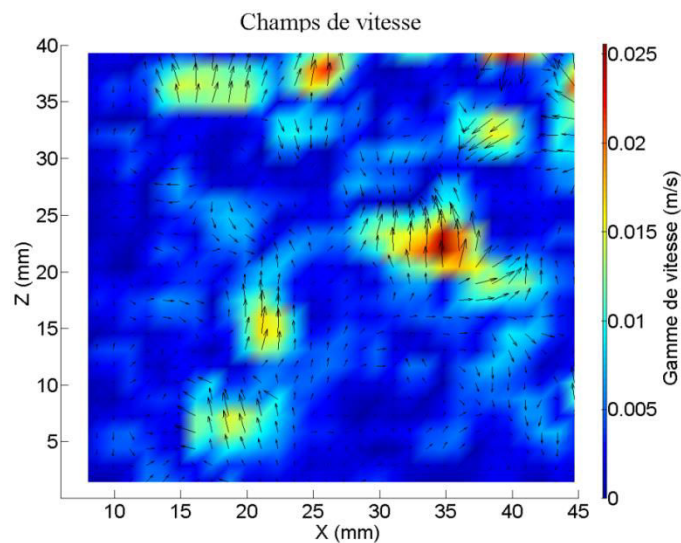


Figure P.3. Champ de vitesse dans une cuve contenant 1% (en masse) Laponite agitée par une hélice marine à une vitesse de rotation de 60 tr/min (mobile au coin supérieur droit, paroi à gauche, fond en bas).

Bien que l'effet de l'hydrodynamique sur la production de biogaz et la forme du granule aient été étudiés, leur influence sur le métabolisme est encore méconnue. La variation de la quantité respective des polysaccharides et des protéines lors de la sécrétion de PEC stimulée par un fort cisaillement devrait être déterminée, ainsi que leur impact sur la production de biogaz. En outre, l'existence des polysaccharides et des protéines influe également sur la rhéologie de

boues digérées. Des mesures rhéologiques de ces boues après l'extraction respective des polysaccharides et des protéines pourraient être effectuées.

Par ailleurs, compte tenu des nombreuses études réalisées dans des micro-canaux par notre équipe et de l'expérience acquise dans ce domaine, une étude pourrait être menée sur la production de biogaz par plusieurs granules de boue placés dans des micro-canaux en cascade afin de simuler le processus de production de biogaz à l'intérieur d'un granule de boue anaérobie. Parallèlement, l'adhésion d'une couche de biofilm anaérobie relativement homogène et dense à la surface des micro-canaux pourrait aussi être envisagée. De même, il serait intéressant de visualiser par caméra rapide les phénomènes de coalescence de microbulles de biogaz dans les micro-canaux afin d'améliorer éventuellement la compréhension des phénomènes physiques liés au transport du biogaz au sein du granule.



## Reference bibliographique

- Abu-Orf, M.M., Dentel, S.K. 1999. Rheology as tool for polymer dose assessment and control. *Journal of Environmental Engineering-Asce*, 125(12), 1133-1141.
- Adrian, R.J. 2005. Twenty years of particle image velocimetry. *Experiments in Fluids*, 39(2), 159-169.
- Ahn, Y., Song, Y.J., Lee, Y.J., Park, S. 2002. Physicochemical characterization of UASB sludge with different size distributions. *Environmental Technology*, 23(8), 889-897.
- Ait-Kadi, A., Marchal, P., Choplin, L., Chrissemant, A.S., Bousmina, M. 2002. Quantitative analysis of mixer-type rheometers using the couette analogy. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 80(6), 1166-1174.
- Akers, B., Belmonte, A. 2006. Impact dynamics of a solid sphere falling into a viscoelastic micellar fluid. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 135(2-3), 97-108.
- Alphenaar, P.A., Perez, M.C., Vanberkel, W.J.H., Lettinga, G. 1992. Determination of the permeability and porosity of anaerobic sludge granules by size exclusion chromatography. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 36(6), 795-799.
- Amanullah, A., Hjorth, S.A., Nienow, A.W. 1997. Cavern sizes generated in highly shear thinning viscous fluids by SCABA 3SHP1 impellers. *Food and Bioproducts Processing*, 75(4), 232-238.
- Ambroso, M., Kamien, R., Durian, D. 2005. Dynamics of shallow impact cratering. *Physical Review E*, 72(4), 041305.
- Ara, K., Katsuragi, H. 2013. Viscoelastic characterization of low-velocity impact of a solid ball on an agar gel. *Journal of Applied Physics*, 113(6), 063512.
- Arrojo, B., Figueroa, M., Mosquera-Corral, A., Campos, J.L., Mendez, R. 2008. Influence of gas flow-induced shear stress on the operation of the Anammox process in a SBR. *Chemosphere*, 72(11), 1687-1693.
- Ayazi Shamlou, P., Edwards, M.F. 1985. Power consumption of helical ribbon mixers in viscous newtonian and non-newtonian fluids. *Chemical Engineering Science*, 40(9), 1773-1781.
- Baloch, M.I., Akunna, J.C., Collier, P.J. 2006. Assessment of morphology for anaerobic-granular particles. *Water Environment Research*, 78(6), 643-646.
- Baloch, M.I., Akunna, J.C., Kierans, M., Collier, P.J. 2008. Structural analysis of anaerobic granules in a phase separated reactor by electron microscopy. *Bioresource Technology*, 99(5),

922-929.

Baroutian, S., Eshtiaghi, N., Gapes, D.J. 2013. Rheology of a primary and secondary sewage sludge mixture: Dependency on temperature and solid concentration. *Bioresource Technology*, 140, 227-233.

Batstone, D.J., Keller, J. 2001. Variation of bulk properties of anaerobic granules with wastewater type. *Water Research*, 35(7), 1723-1729.

Batstone, D.J., Keller, J., Blackall, L.L. 2004. The influence of substrate kinetics on the microbial community structure in granular anaerobic biomass. *Water Research*, 38(6), 1390-1404.

Baudez, J.C., Ayol, A., Coussot, P. 2004. Practical determination of the rheological behavior of pasty biosolids. *Journal of Environmental Management*, 72(3), 181-188.

Baudez, J.C., Coussot, P. 2001. Rheology of aging, concentrated, polymeric suspensions: Application to pasty sewage sludges. *Journal of Rheology*, 45(5), 1123.

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

Baudez, J., Coussot, P. 2004. Abrupt transition from viscoelastic solidlike to liquidlike behavior in jammed materials. *Physical Review Letters*, 93(12), 128302.

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

Baudez, J.C., Slatter, P., Eshtiaghi, N. 2013b. The impact of temperature on the rheological behaviour of anaerobic digested sludge. *Chemical Engineering Journal*, 215-216, 182-187.

Baumert, B.M., Muller, S.J. 1997. Flow regimes in model viscoelastic fluids in a circular couette system with independently rotating cylinders. *Physics of Fluids*, 9(3), 566-586.

Bellouti, M., Alves, M.M., Novais, J.M., Mota, M. 1997. Flocs vs granules: Differentiation by fractal dimension. *Water Research*, 31(5), 1227-1231.

Berberović, E., van Hinsberg, N., Jakirlić, S., Roisman, I., Tropea, C. 2009. Drop impact onto a liquid layer of finite thickness: Dynamics of the cavity evolution. *Physical Review E*, 79(3), 036306.

Bhatti, Z.I., Furukawa, K., Fujita, M. 1995. Comparative composition and characteristics of methanogenic granular sludges treating industrial-wastes under different conditions. *Journal of Fermentation and Bioengineering*, 79(3), 273-280.

Bhunia, P., Ghangrekar, M.M. 2008. Influence of biogas-induced mixing on granulation in UASB reactors. *Biochemical Engineering Journal*, 41(2), 136-141.

- Bhunja, P., Ghangrekar, M.M. 2007. Required minimum granule size in UASB reactor and characteristics variation with size. *Bioresource Technology*, 98(5), 994-999.
- Bisighini, A., Cossali, G.E., Tropea, C., Roisman, I.V. 2010. Crater evolution after the impact of a drop onto a semi-infinite liquid target. *Physical Review E*, 82(3), 036319.
- Bolzonella, D., Cavinato, C., Fatone, F., Pavan, P., Cecchi, F. 2012. High rate mesophilic, thermophilic, and temperature phased anaerobic digestion of waste activated sludge: a pilot scale study. *Waste Management*, 32(6), 1196-1201.
- Borjesson, P., Mattiasson, B. 2008. Biogas as a resource-efficient vehicle fuel. *Trends Biotechnology*, 26(1), 7-13.
- Borowski, S., Domanski, J., Weatherley, L. 2014. Anaerobic co-digestion of swine and poultry manure with municipal sewage sludge. *Waste Management*, 34(2), 513-21.
- Bougrier, C., Delgenès, J.P., Carrère, H. 2007. Impacts of thermal pre-treatments on the semi-continuous anaerobic digestion of waste activated sludge. *Biochemical Engineering Journal*, 34(1), 20-27.
- Brito-De La Fuente, E., Choplin, L., Tanguy, P.A. 1997. Mixing With Helical Ribbon Impellers. *Chemical Engineering Research and Design*, 75(1), 45-52.
- Brito, A.G., Melo, L.F. 1997. A simplified analysis of reaction and mass transfer in UASB and EGSB reactors. *Environmental Technology*, 18(1), 35-44.
- Cao, X., Cao, H., Sheng, Y., You, H., Zhang, Y. 2012. Novel technique for internal structure and elemental distribution analyses of granular sludge from reactors for wastewater treatment. *Biotechnology Letters*, 35(3), 345-350.
- Carreau, P.J., Chhabra, R.P., Cheng, J. 1993. Effect of rheological properties on power-consumption with helical ribbon agitators. *AIChE Journal*, 39(9), 1421-1430.
- Chai, G.B., Manikandan, P. 2014. Low velocity impact response of fibre-metal laminates - A review. *Composite Structures*, 107, 363-381.
- Chen, R.H., Tian, W.X., Su, G.H., Qiu, S.Z., Ishiwatari, Y., Oka, Y. 2011. Numerical investigation on coalescence of bubble pairs rising in a stagnant liquid. *Chemical Engineering Science*, 66(21), 5055-5063.
- Cheng, J.Y., Carreau, P.J. 1994. Aerated mixing of viscoelastic fluids with helical ribbon impellers. *Chemical Engineering Science*, 49(12), 1965-1972.
- Chou, H.H., Huang, J.S., Jheng, J.H., Ohara, R. 2008. Influencing effect of intra-granule mass transfer in expanded granular sludge-bed reactors treating an inhibitory substrate. *Bioresource Technology*, 99(9), 3403-3410.
- Chowdhury, R., Tiwari, K.K. 1979. Power consumption studies of helical ribbon-screw

mixers. *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development*, 18(2), 227-231.

Clanet, C., Beguin, C., Richard, D., Quere, D. 2004. Maximal deformation of an impacting drop. *Journal of Fluid Mechanics*, 517, 199-208.

Coussot, P. 2007. Rheophysics of pastes: a review of microscopic modelling approaches. *Soft Matter*, 3(5), 528.

Coussot, P. 1995. Structural similarity and transition from newtonian to non-newtonian behavior for clay-water suspensions. *Physical Review Letters*, 74(20), 3971-3974.

Coussot, P., Ancey, C. 1999. Rhéophysique des pâtes et des suspensions. EDP Sciences.

Dai, X., Duan, N., Dong, B., Dai, L. 2013. High-solids anaerobic co-digestion of sewage sludge and food waste in comparison with mono digestions : stability and performance. *Waste Management*, 33(2), 308-316.

Daffonchio, D., Thaveesri, J., Verstraete, W. 1995. Contact angle measurement and cell hydrophobicity of granular sludge from upflow anaerobic sludge bed reactors. *Applied and Environmental Microbiology*, 61(10), 3676-3680.

Delaplace, G., Guerin, R., Leuliet, J.C., Chhabra, R.P. 2006. An analytical model for the prediction of power consumption for shear-thinning fluids with helical ribbon and helical screw ribbon impellers. *Chemical Engineering Science*, 61(10), 3250-3259.

Delaplace, G., Leuliet, J.C., Relandeau, V. 2000. Circulation and mixing times for helical ribbon impellers. Review and experiments. *Experiments in Fluids*, 28(2), 170-182.

Deng, Z., Wang, T., Zhang, N., Wang, Z. 2010. Gas holdup, bubble behavior and mass transfer in a 5m high internal-loop airlift reactor with non-Newtonian fluid. *Chemical Engineering Journal*, 160(2), 729-737.

Dentel, S.K. 1997. Evaluation and role of rheological properties in sludge management. *Water Science and Technology*, 36(11), 1-8.

Dentel, S.K., Abu-Orf, M.M., Walker, C.A. 2000. Optimization of slurry flocculation and dewatering based on electrokinetic and rheological phenomena. *Chemical Engineering Journal*, 80(1-3), 65-72.

Dong, B., Liu, X., Dai, L., Dai, X. 2013. Changes of heavy metal speciation during high-solid anaerobic digestion of sewage sludge. *Bioresource Technology*, 131, 152-158.

Duan, N., Dong, B., Wu, B., Dai, X. 2012. High-solid anaerobic digestion of sewage sludge under mesophilic conditions: Feasibility study. *Bioresource Technology*, 104, 150-156.

Edelsten, L., Jeffrey, J.E., Burgin, L.V., Aspden, R.M. 2010. Viscoelastic deformation of articular cartilage during impact loading. *Soft Matter*, 6(20), 5206.



- Eshtiaghi, N., Yap, S.D., Markis, F., Baudez, J.C., Slatter, P. 2012. Clear model fluids to emulate the rheological properties of thickened digested sludge. *Water Research*, 46(9), 3014-3022.
- Fang, H.H.P. 2000. Microbial distribution in UASB granules and its resulting effects. *Water Science and Technology*, 42(12), 201-208.
- Fang, H.H.P., Chui, H.K., Li, Y.Y. 1995. Effect of degradation kinetics on the microstructure of anaerobic biogranules. *Water Science and Technology*, 32(8), 165-172.
- Fedorchenko, A.I., Wang, A.B. 2004. On some common features of drop impact on liquid surfaces. *Physics of Fluids*, 16(5), 1349.
- Forster, C.F. 2002. The rheological and physico-chemical characteristics of sewage sludges. *Enzyme and Microbial Technology*, 30(3), 340-345.
- Franco, A., García, C., Carrasco, E.F., Roca, E. 2008. Explaining the enhanced performance of pulsed bioreactors by mechanistic modeling. *AIChE Journal*, 54(5), 1377-1387.
- Franco, A., Roca, E., Lema, J.M. 2006. Granulation in high-load denitrifying upflow sludge bed (USB) pulsed reactors. *Water Research*, 40(5), 871-80.
- Fujishima, S., Miyahara, T., Noike, T. 2000. Effect of moisture content on anaerobic digestion of dewatered sludge: ammonia inhibition to carbohydrate removal and methane production. *Water Science and Technology*, 41(3), 119-127.
- Gallert, C., Bauer, S., Winter, J. 1998. Effect of ammonia on the anaerobic degradation of protein by a mesophilic and thermophilic biowaste population. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 50(4), 495-501.
- Ghangrekar, M.M., Asolekar, S.R., Joshi, S.G. 2005. Characteristics of sludge developed under different loading conditions during UASB reactor start-up and granulation. *Water Research*, 39(6), 1123-1133.
- Gonzalez-Gil, G., Lens, P.N.L., Van Aelst, A., Van As, H., Versprille, A.I., Lettinga, G. 2001a. Cluster structure of anaerobic aggregates of an expanded granular sludge bed reactor. *Applied and Environmental Microbiology*, 67(8), 3683-3692.
- Gonzalez-Gil, G., Seghezzi, L., Lettinga, G., Kleerebezem, R. 2001b. Kinetics and mass-transfer phenomena in anaerobic granular sludge. *Biotechnology and Bioengineering*, 73(2), 125-134.
- Gou, C., Yang, Z., Huang, J., Wang, H., Xu, H., Wang, L. 2014. Effects of temperature and organic loading rate on the performance and microbial community of anaerobic co-digestion of waste activated sludge and food waste. *Chemosphere*, 105, 146-51.
- Grotenhuis, J.T., Smit, M., Plugge, C.M., Xu, Y.S., van Lammeren, A.A., Stams, A.J.,

- Zehnder, A.J. 1991. Bacteriological composition and structure of granular sludge adapted to different substrates. *Applied and Environmental Microbiology*, 57(7), 1942-1949.
- Guendouz, J., Buffiere, P., Cacho, J., Carrere, M., Delgenes, J.P. 2008. High-solids anaerobic digestion: comparison of three pilot scales. *Water Science and Technology*, 58(9), 1757-1763.
- Guibaud, G., Dollet, P., Tixier, N., Dagot, C., Baudu, M. 2004. Characterisation of the evolution of activated sludges using rheological measurements. *Process Biochemistry*, 39(11), 1803-1810.
- Guiot, S.R., Paus, A., Costerton, J.W. 1992. A structured model of the anaerobic granule consortium. *Water Science and Technology*, 25(7), 1-10.
- Hahn, H., Krautkremer, B., Hartmann, K., Wachendorf, M. 2014. Review of concepts for a demand-driven biogas supply for flexible power generation. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 29, 383-393.
- Hasar, H., Kinaci, C., Ünlü, A., Toğrul, H., Ipek, U. 2004. Rheological properties of activated sludge in a SMBR. *Biochemical Engineering Journal*, 20(1), 1-6.
- Hidaka, T., Wang, F., Togari, T., Uchida, T., Suzuki, Y. 2013. Comparative performance of mesophilic and thermophilic anaerobic digestion for high-solid sewage sludge. *Bioresource Technology*, 149, 177-183.
- Hosseini Koupaie, E., Barrantes Leiva, M., Eskicioglu, C., Dutil, C. 2014. Mesophilic batch anaerobic co-digestion of fruit-juice industrial waste and municipal waste sludge : process and cost-benefit analysis. *Bioresource Technology*, 152, 66-73.
- Hulshoff Pol, L.W., de Castro Lopes, S.I., Lettinga, G., Lens, P.N.L. 2004. Anaerobic sludge granulation. *Water Research*, 38(6), 1376-1389.
- Ihejirika, I., Ein-Mozaffari, F. 2007. Using CFD and ultrasonic velocimetry to study the mixing of pseudoplastic fluids with a helical ribbon impeller. *Chemical Engineering & Technology*, 30(5), 606-614.
- Jahangiri, M. 2008. Shear rates in mixing of viscoelastic fluids by helical ribbon impeller. *Iranian Polymer Journal*, 17(11), 831-841.
- Ji, J.Y., Zheng, K., Xing, Y.J., Zheng, P. 2012. Hydraulic characteristics and their effects on working performance of compartmentalized anaerobic reactor. *Bioresource Technology*, 116, 47-52.
- Jiang, J., Wu, J., Poncin, S., Li, H.Z. 2014a. Rheological characteristics of highly concentrated anaerobic digested sludge. *Biochemical Engineering Journal*, 86, 57-61.
- Jiang, J., Wu, J., Zhang, J., Poncin, S., Li, H.Z. 2014b. Multiscale hydrodynamic investigation to intensify the biogas production in upflow anaerobic reactors. *Bioresource Technology*, 155,

1-7.

- Jolicoeur, M., Chavarie, C., Carreau, P.J., Archambault, J. 1992. Development of a helical-ribbon impeller bioreactor for high-density plant-cell suspension-culture. *Biotechnology and Bioengineering*, 39(5), 511-521.
- Jones, S.F., Evans, G.M., Galvin, K.P. 1999. Bubble nucleation from gas cavities - a review. *Advances in Colloid and Interface Science*, 80(1), 27-50.
- Kamen, A.A., Chavarie, C., Andre, G., Archambault, J. 1992. Design parameters and performance of a surface baffled helical ribbon impeller bioreactor for the culture of shear sensitive cells. *Chemical Engineering Science*, 47(9-11), 2375-2380.
- Karthikeyan, O.P., Visvanathan, C. 2012. Bio-energy recovery from high-solid organic substrates by dry anaerobic bio-conversion processes: a review. *Reviews in Environmental Science and Biotechnology*, 12(3), 257-284.
- Kassam, Z.A., Yerushalmi, L., Guiot, S.R. 2003. A market study on the anaerobic wastewater treatment systems. *Water Air and Soil Pollution*, 143(1-4), 179-192.
- Katsuragi, H. 2011. Length and time scales of a liquid drop impact and penetration into a granular layer. *Journal of Fluid Mechanics*, 675, 552-573.
- Katsuragi, H. 2010. Morphology scaling of drop impact onto a granular layer. *Physical Review Letters*, 104(21), 218001.
- Katsuragi, H., Durian, D.J. 2013. Drag force scaling for penetration into granular media. *Physical Review E*, 87(5), 052208.
- Katsuragi, H., Durian, D.J. 2007. Unified force law for granular impact cratering. *Nature Physics*, 3(6), 420-423.
- Kosaric, N., Blaszczyk, R., Orphan, L., Valladarfs, J. 1990. The characteristics of granules from upflow anaerobic sludge blanket reactors. *Water Research*, 24(12), 1473-1477.
- Kunczewicz, C., Rieger, F., Pietrzykowski, M., Stelmach, J. 2013. 3D/2D hybrid model for ribbon impellers operating in laminar regime. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 73, 50-58.
- Kundu, K., Bergmann, I., Klocke, M., Sharma, S., Sreekrishnan, T.R. 2014. Influence of hydrodynamic shear on performance and microbial community structure of a hybrid anaerobic reactor. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 89(3), 462-470.
- Laera, G., Giordano, C., Pollice, A., Saturno, D., Mininni, G. 2007. Membrane bioreactor sludge rheology at different solid retention times. *Water Research*, 41(18), 4197-4203.
- Lantz, M., Svensson, M., Björnsson, L., Börjesson, P. 2007. The prospects for an expansion of biogas systems in Sweden—Incentives, barriers and potentials. *Energy Policy*, 35(3), 1830-

1843.

- Lembach, A.N., Tan, H.B., Roisman, I.V., Gambaryan-Roisman, T., Zhang, Y., Tropea, C., Yarin, A.L. 2010. Drop impact, spreading, splashing, and penetration into electrospun nanofiber mats. *Langmuir*, 26(12), 9516-23.
- Lhuissier, H., Sun, C., Prosperetti, A., Lohse, D. 2013. Drop fragmentation at impact onto a bath of an immiscible liquid. *Physical Review Letters*, 110(26), 264503.
- Li, H.Z. 1999. Bubbles in non-Newtonian fluids: Formation, interactions and coalescence. *Chemical Engineering Science*, 54(13–14), 2247-2254.
- Li, H.Z., Frank, X., Funfschilling, D., Mouline, Y. 2001. Towards the understanding of bubble interactions and coalescence in non-Newtonian fluids: a cognitive approach. *Chemical Engineering Science*, 56(21–22), 6419-6425.
- Li, H.Z., Mouline, Y., Choplin, L., Midoux, N. 1997. Chaotic bubble coalescence in non-Newtonian fluids. *International Journal of Multiphase Flow*, 23(4), 713-723.
- Li, W.W., Yu, H.Q. 2011. Physicochemical characteristics of anaerobic H<sub>2</sub>-producing granular sludge. *Bioresource Technology*, 102(18), 8653-8660.
- Li, X.Y., Yuan, Y. 2002a. Collision frequencies of microbial aggregates with small particles by differential sedimentation. *Environmental Science & Technology*, 36(3), 387-393.
- Li, X.Y., Yuan, Y.A. 2002b. Settling velocities and permeabilities of microbial aggregates. *Water Research*, 36(12), 3110-3120.
- Lim, S.J., Kim, T.H. 2014. Applicability and trends of anaerobic granular sludge treatment processes. *Biomass and Bioenergy*, 60, 189-202.
- Liu, L., Sheng, G.P., Li, W.W., Zeng, R.J., Yu, H.Q. 2011. Experimental and numerical analysis of the hydrodynamic behaviors of aerobic granules. *AIChE Journal*, 57(10), 2909-2916.
- Liu, X., Wang, W., Shi, Y., Zheng, L., Gao, X., Qiao, W., Zhou, Y. 2012. Pilot-scale anaerobic co-digestion of municipal biomass waste and waste activated sludge in China : effect of organic loading rate. *Waste Management*, 32(11), 2056-60.
- Liu, X.W., Sheng, G.P., Yu, H.Q. 2009. Physicochemical characteristics of microbial granules. *Biotechnology Advances*, 27(6), 1061-1070.
- Liu, Y., Tay, J.H. 2002. The essential role of hydrodynamic shear force in the formation of biofilm and granular sludge. *Water Research*, 36(7), 1653-1665.
- Liu, Y., Xu, H.L., Yang, S.F., Tay, J.H. 2003. Mechanisms and models for anaerobic granulation in upflow anaerobic sludge blanket reactor. *Water Research*, 37(3), 661-673.
- Liu, Y., Xu, H.L., Show, K.Y., Tay, J.H. 2002. Anaerobic granulation technology for

wastewater treatment. *World Journal of Microbiology & Biotechnology*, 18(2), 99-113.

Liu, Y., Yang, S.F., Tay, J.H., Liu, Q.S., Qin, L., Li, Y. 2004a. Cell hydrophobicity is a triggering force of biogranulation. *Enzyme and Microbial Technology*, 34(5), 371-379.

Liu, Y.Q., Liu, Y., Tay, J.H. 2004b. The effects of extracellular polymeric substances on the formation and stability of biogranules. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 65(2), 143-8.

Lohse, D., Bergmann, R., Mikkelsen, R., Zeilstra, C., van der Meer, D., Versluis, M., van der Weele, K., van der Hoef, M., Kuipers, H. 2004. Impact on soft sand: void collapse and jet formation. *Physical Review Letters*, 93(19), 198003.

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

Lu, H.F., Zheng, P., Ji, Q.X., Zhang, H.T., Ji, J.Y., Wang, L., Ding, S., Chen, T.T., Zhang, J.Q., Tang, C.J., Chen, J.W. 2012. The structure, density and settlability of anammox granular sludge in high-rate reactors. *Bioresource Technology*, 123, 312-317.

Marston, J.O., Vakarelski, I.U., Thoroddsen, S.T. 2012. Sphere impact and penetration into wet sand. *Physical Review E*, 86(2) 020301.

Massoldeya, A.A., Whallon, J., Hickey, R.F., Tiedje, J.M. 1995. Channel structures in aerobic biofilms of fixed-film reactors treating contaminated groundwater. *Applied and Environmental Microbiology*, 61(2), 769-777.

McHugh, S., O'Reilly, C., Mahony, T., Colleran, E., O'Flaherty, V. 2003. Anaerobic granular sludge bioreactor technology. *Reviews in Environmental Science and Biotechnology*, 2(2-4), 225-245.

Metzner, A.B., Feehs, R.H., Ramos, H.L., Otto, R.E., Tuthill, J.D. 1961. Agitation of viscous Newtonian and non-Newtonian fluids. *AIChE Journal*, 7(1), 3-9.

Metzner, A.B., Otto, R.E. 1957. Agitation of non-Newtonian fluids. *AIChE Journal*, 3(1), 3-10.

Midoux, N. 1993. Mécanique et rhéologie des fluides en génie chimique. Tec & Doc.

Mikkelsen, L.H., Keiding, K. 2002. Physico-chemical characteristics of full scale sewage sludges with implications to dewatering. *Water Research*, 36(10), 2451-2462.

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

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

- Morgan, J.W., Evison, L.M., Forster, C.F. 1991. The internal architecture of anaerobic sludge granules. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 50(2), 211-226.
- Mori, M., Isaac, J., Seyssiecq, I., Roche, N. 2008. Effect of measuring geometries and of exocellular polymeric substances on the rheological behaviour of sewage sludge. *Chemical Engineering Research and Design*, 86(6), 554-559.
- Mori, M., Seyssiecq, I., Roche, N. 2006. Rheological measurements of sewage sludge for various solids concentrations and geometry. *Process Biochemistry*, 41(7), 1656-1662.
- Mu, Y., Chen, X.H., Yu, H.Q. 2007. Rheological properties of anaerobic hydrogen-producing flocs. *Biochemical Engineering Journal*, 34(1), 87-91.
- Mu, Y., Yu, H.Q., Wang, G. 2006a. Permeabilities of anaerobic CH<sub>4</sub>-producing granules. *Water Research*, 40(9), 1811-1815.
- Mu, Y., Yu, H.Q. 2006. Biological hydrogen production in a UASB reactor with granules. I: Physicochemical characteristics of hydrogen-producing granules. *Biotechnology Bioengineering*, 94(5), 980-987.
- Mu, Y., Yu, H.Q., Chen, X.H. 2006b. Rheological and fractal characteristics of granular sludge in an upflow anaerobic reactor. *Water Research*, 40(19), 3596-3602.
- Musee, N., Lorenzen, L. 2013. Market dynamics as a driver towards the evolution of research needs: the case of up-flow anaerobic sludge blanket seeding granules. *Water SA*, 39(1), 131-142.
- Nakashimada, Y., Ohshima, Y., Minami, H., Yabu, H., Namba, Y., Nishio, N. 2008. Ammonia-methane two-stage anaerobic digestion of dehydrated waste-activated sludge. *Applied Microbiology Biotechnology*, 79(6), 1061-1069.
- Námer, J., Ganczarczyk, J.J. 1993. Settling properties of digested sludge particle aggregates. *Water Research*, 27(8), 1285-1294.
- Netušil, J., Rieger, F. 1993. Power consumption of screw and helical ribbon agitators in highly viscous pseudoplastic fluids. *The Chemical Engineering Journal*, 52(1), 9-12.
- Nges, I.A., Liu, J. 2010. Effects of solid retention time on anaerobic digestion of dewatered-sewage sludge in mesophilic and thermophilic conditions. *Renewable Energy*, 35(10), 2200-2206.
- Nicolas, M. 2005. Spreading of a drop of neutrally buoyant suspension. *Journal of Fluid Mechanics*, 545, 271-280.
- Niu, Q., Hojo, T., Qiao, W., Qiang, H., Li, Y.Y. 2014. Characterization of methanogenesis, acidogenesis and hydrolysis in thermophilic methane fermentation of chicken manure. *Chemical Engineering Journal*, 244, 587-596.

- Noyola, A., Moreno, G. 1994. Granule production from raw waste activated-sludge. *Water Science and Technology*, 30(12), 339-346.
- Olivieri, G., Elena Russo, M., Simeone, M., Marzocchella, A., Salatino, P. 2011. Effects of viscosity and relaxation time on the hydrodynamics of gas–liquid systems. *Chemical Engineering Science*, 66(14), 3392-3399.
- Omidvar, M., Iskander, M., Bless, S. 2014. Response of granular media to rapid penetration. *International Journal of Impact Engineering*, 66, 60-82.
- Ormeçi, B. 2007. Optimization of a full-scale dewatering operation based on the rheological characteristics of wastewater sludge. *Water Research*, 41(6), 1243-1252.
- Padmasiri, S.I., Zhang, J., Fitch, M., Norddahl, B., Morgenroth, E., Raskin, L. 2007. Methanogenic population dynamics and performance of an anaerobic membrane bioreactor (AnMBR) treating swine manure under high shear conditions. *Water Research*, 41(1), 134-144.
- Pereboom, J.H.F. 1994. Size distribution model for methanogenic granules from full-scale uasb and ic reactors. *Water Science and Technology*, 30(12), 211-221.
- Pereboom, J.H.F., Vereijken, T. 1994. Methanogenic granule development in full-scale internal circulation reactors. *Water Science and Technology*, 30(8), 9-21.
- Pevere, A., Guibaud, G., Goin, E., van Hullebusch, E., Lens, P. 2009. Effects of physico-chemical factors on the viscosity evolution of anaerobic granular sludge. *Biochemical Engineering Journal*, 43(3), 231-238.
- Pevere, A., Guibaud, G., van Hullebusch, E., Lens, P. 2007. Identification of rheological parameters describing the physico-chemical properties of anaerobic sulphidogenic sludge suspensions. *Enzyme and Microbial Technology*, 40(4), 547-554.
- Pevere, A., Guibaud, G., van Hullebusch, E., Lens, P., Baudu, M. 2005. Effect of inoculum and sludge concentration on viscosity evolution of anaerobic granular sludges. *Water Science and Technology*, 52(1-2), 509-514.
- Pevere, A. 2006. Apport des mesures rhéologiques à l'étude des biomasses épuratoitres granulaires anaérobies. Thèse de doctorat, Université de Limoges.
- Pevere, A., Guibaud, G., van Hullebusch, E., Lens, P., Baudu, M. 2006. Viscosity evolution of anaerobic granular sludge. *Biochemical Engineering Journal*, 27(3), 315-322.
- Pregent, S., Adams, S., Butler, M.F., Waigh, T.A. 2009. The impact and deformation of a viscoelastic drop at the air–liquid interface. *Journal of Colloid and Interface Science*, 331(1), 163-173.
- Range, K., Feuillebois, F. 1998. Influence of surface roughness on liquid drop impact. *Journal*

*of Colloid and Interface Science*, 203(1), 16-30.

Ren, T.T., Mu, Y., Ni, B.J., Yu, H.Q. 2009. Hydrodynamics of upflow anaerobic sludge blanket reactors. *AIChE Journal*, 55(2), 516-528.

Ren, T.T., Liu, L., Sheng, G.P., Liu, X.W., Yu, H.Q., Zhang, M.C., Zhu, J.R. 2008. Calcium spatial distribution in aerobic granules and its effects on granule structure, strength and bioactivity. *Water Research*, 42(13), 3343-3352.

Richardson, M.O.W., Wisheart, M.J. 1996. Review of low-velocity impact properties of composite materials. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 27(12), 1123-1131.

Riley, D.W., Forster, C.F. 2001. The physico-chemical characteristics of thermophilic aerobic sludges. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 76(8), 862-866.

Robinson, M., Cleary, P.W. 2012. Flow and mixing performance in helical ribbon mixers. *Chemical Engineering Science*, 84, 382-398.

Roché, M., Myftiu, E., Johnston, M., Kim, P., Stone, H. 2013. Dynamic fracture of nonglassy suspensions. *Physical Review Letters*, 110(14), 148304.

Rocheleau, S., Greer, C.W., Lawrence, J.R., Cantin, C., Laramée, L., Guiot, S.R. 1999. Differentiation of *Methanosaeta concilii* and *Methanosarcina barkeri* in anaerobic mesophilic granular sludge by fluorescent in situ hybridization and confocal scanning laser microscopy. *Applied and Environmental Microbiology*, 65(5), 2222-2229.

Rochex, A., Godon, J.J., Bernet, N., Escudie, R. 2008. Role of shear stress on composition, diversity and dynamics of biofilm bacterial communities. *Water Research*, 42(20), 4915-4922.

Salmi, A., Salminen, L.I., Engberg, B.A., Björkqvist, T., Hægström, E. 2012. Repetitive impact loading causes local plastic deformation in wood. *Journal of Applied Physics*, 111(2), 024901.

Sanz, J.L., Köchling, T. 2007. Molecular biology techniques used in wastewater treatment: An overview. *Process Biochemistry*, 42(2), 119-133.

Saravanan, V., Srekrishnan, T.R. 2006. Modelling anaerobic biofilm reactors--a review. *Journal of Environmental Management*, 81(1), 1-18.

Schmidt, J.E., Ahring, B.K. 1996. Granular sludge formation in upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactors. *Biotechnology and Bioengineering*, 49(3), 229-246.

Seghezzi, L., Zeeman, G., van Lier, J.B., Hamelers, H.V.M., Lettinga, G. 1998. A review: The anaerobic treatment of sewage in UASB and EGSB reactors. *Bioresource Technology*, 65(3), 175-190.

Seguin, A., Bertho, Y., Gondret, P. 2008. Influence of confinement on granular penetration by



impact. *Physical Review E*, 78(1), 010301.

Sekiguchi, Y., Kamagata, Y., Nakamura, K., Ohashi, A., Harada, H. 1999. Fluorescence in situ hybridization using 16S rRNA-targeted oligonucleotides reveals localization of methanogens and selected uncultured bacteria in mesophilic and thermophilic sludge granules. *Applied and Environmental Microbiology*, 65(3), 1280-1288.

Seysiecq, I., Ferrasse, J.H., Roche, N. 2003. State-of-the-art: rheological characterisation of wastewater treatment sludge. *Biochemical Engineering Journal*, 16(1), 41-56.

Shekhar, S.M., Jayanti, S. 2003. Mixing of pseudoplastic fluids using helical ribbon impellers. *AIChE Journal*, 49(11), 2768-2772.

Show, K.Y., Wang, Y., Foong, S.F., Tay, J.H. 2004. Accelerated start-up and enhanced granulation in upflow anaerobic sludge blanket reactors. *Water Research*, 38(9), 2292-2303.

Siegert, I., Banks, C. 2005. The effect of volatile fatty acid additions on the anaerobic digestion of cellulose and glucose in batch reactors. *Process Biochemistry*, 40(11), 3412-3418.

Slatter, P. 2011. The engineering hydrodynamics of viscoplastic suspensions. *Particulate Science and Technology*, 29(2), 139-150.

Steffe, J.F. 1996. Rheological methods in food process engineering. Freeman Press.

Stokes, J.R., Frith, W.J. 2008. Rheology of gelling and yielding soft matter systems. *Soft Matter*, 4(6), 1133.

Stroot, P.G., McMahon, K.D., Mackie, R.I., Raskin, L. 2001. Anaerobic codigestion of municipal solid waste and biosolids under various mixing conditions—I. digester performance. *Water Research*, 35(7), 1804-1816.

Su, K.Z., Yu, H.Q. 2005. Formation and characterization of aerobic granules in a sequencing batch reactor treating soybean-processing wastewater. *Environmental Science & Technology*, 39(8), 2818-2827.

Subramanyam, R. 2013. Physicochemical and morphological characteristics of granular sludge in upflow anaerobic sludge blanket reactors. *Environmental Engineering Science*, 30(5), 201-212.

Subramanyam, R., Mishra, I.M. 2008. Treatment of catechol bearing wastewater in an upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactor: sludge characteristics. *Bioresource Technology*, 99(18), 8917-25.

Surendra, K.C., Takara, D., Hashimoto, A.G., Khanal, S.K. 2014. Biogas as a sustainable energy source for developing countries: Opportunities and challenges. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 31, 846-859.

Tabuteau, H., Sikorski, D., de Vet, S.J., de Bruyn, J.R. 2011. Impact of spherical projectiles

into a viscoplastic fluid. *Physical Review E*, 84(3), 031403.

Takita, H., Sumita, I. 2013. Low-velocity impact cratering experiments in a wet sand target. *Physical Review E*, 88(2), 022203.

Tanner, R.I. 2009. The changing face of rheology. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 157(3), 141-144.

Tanner, R.I., Walters.K. 1998. Rheology: an historical perspective. Elsevier.

Tay, J.H., Ivanov, V., Pan, S., Tay, S.T.L. 2002. Specific layers in aerobically grown microbial granules. *Letters in Applied Microbiology*, 34(4), 254-257.

Tay, J.H., Liu, Q.S., Liu, Y. 2001. Microscopic observation of aerobic granulation in sequential aerobic sludge blanket reactor. *Journal of Applied Microbiology*, 91(1), 168-175.

Thakur, R.K., Vial, C., Djelveh, G., Labbafi, M. 2004. Mixing of complex fluids with flat-bladed impellers: effect of impeller geometry and highly shear-thinning behavior. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 43(10), 1211-1222.

Thoroddsen, S.T., Shen, A.Q. 2001. Granular jets. *Physics of Fluids*, 13(1), 4-6.

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

Tixier, N., Guibaud, G., Baudu, M. 2003b. Effect of pH and ionic environment changes on interparticle interactions affecting activated sludge flocs: A rheological approach. *Environmental Technology*, 24(8), 971-978.

Truscott, T.T., Epps, B.P., Belden, J. 2014. Water Entry of Projectiles. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 46(1), 355-378.

Uehara, J.S., Ambroso, M.A., Ojha, R.P., Durian, D.J. 2003. Low-speed impact craters in loose granular media. *Physical Review Letters*, 90(19), 194301.

van Dam, D.B., Le Clerc, C. 2004. Experimental study of the impact of an ink-jet printed droplet on a solid substrate. *Physics of Fluids*, 16(9), 3403-3414.

van den Heuvel, J.C., Verschuren, P.G., Beeftink, H.H., de Beer, D. 1992. Determination of the critical concentration of inhibitory products in a repeated fed-batch culture. *Biotechnology Techniques*, 6(1), 33-38.

van Hullebusch, E.D., Gieteling, J., Van Daele, W., Defrancq, J., Lens, P.N.L. 2007. Effect of sulfate and iron on physico-chemical characteristics of anaerobic granular sludge. *Biochemical Engineering Journal*, 33(2), 168-177.

Vanderhaegen, B., Ysebaert, E., Favere, K., Vanwambeke, M., Peeters, T., Panic, V., Vandenlangenbergh, V., Verstraete, W. 1992. Acidogenesis in relation to in-reactor granule yield. *Water Science and Technology*, 25(7), 21-30.

- vanLoosdrecht, M.C.M., Eikelboom, D., Gjaltema, A., Mulder, A., Tjihuis, L., Heijnen, J.J. 1995. Biofilm structures. *Water Science and Technology*, 32(8), 35-43.
- Vazquez, G., Cancela, M.A., Riverol, C., Alvarez, E., Navaza, J.M. 2000. Application of the Danckwerts method in a bubble column - Effects of surfactants on mass transfer coefficient and interfacial area. *Chemical Engineering Journal*, 78(1), 13-19.
- Villermaux, E., Bossa, B. 2009. Single-drop fragmentation determines size distribution of raindrops. *Nature Physics*, 5(9), 697-702.
- Wang, J.J., Feng, L.F., Gu, X.P., Wang, K., Hu, C.H. 2000. Power consumption of inner-outer helical ribbon impellers in viscous Newtonian and non-Newtonian fluids. *Chemical Engineering Science*, 55(12), 2339-2342.
- Wang, Y., Show, K.Y., Tay, J.H., Sim, K.H. 2004. Effects of cationic polymer on start-up and granulation in upflow anaerobic sludge blanket reactors. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 79(3), 219-228.
- Wang, Y., Zhang, Y., Wang, J., Meng, L. 2009. Effects of volatile fatty acid concentrations on methane yield and methanogenic bacteria. *Biomass and Bioenergy*, 33(5), 848-853.
- Weiland, P. 2010. Biogas production: current state and perspectives. *Applied Microbiology Biotechnology*, 85(4), 849-860.
- Wingender, J., Neu, T.R., Flemming, H.-C. (éditeur) 1999. Microbial extracellular polymeric substances: characterization, structure, and function. Springer.
- Wu, C.Y., Peng, Y.Z., Wang, S.Y., Ma, Y. 2010. Enhanced biological phosphorus removal by granular sludge: from macro- to micro-scale. *Water Research*, 44(3), 807-814.
- Wu, J., Bi, L., Zhang, J.B., Poncin, S., Cao, Z.P., Li, H.Z. 2012. Effects of increase modes of shear force on granule disruption in upflow anaerobic reactors. *Water Research*, 46(10), 3189-3196.
- Wu, J., Lu, Z.Y., Hu, J.C., Feng, L., Huang, J.D., Gu, X.S. 2006. Disruption of granules by hydrodynamic force in internal circulation anaerobic reactor. *Water Science and Technology*, 54(9), 9-16.
- Wu, J., Zhou, H.M., Li, H.Z., Zhang, P.C., Jiang, J. 2009. Impacts of hydrodynamic shear force on nucleation of flocculent sludge in anaerobic reactor. *Water Research*, 43(12), 3029-3036.
- Wu, J.H., Liu, W.T., Tseng, I.C., Cheng, S.S. 2001. Characterization of microbial consortia in a terephthalate-degrading anaerobic granular sludge system. *Microbiology*, 147, 373-382.
- Xu, L., Zhang, W., Nagel, S. 2005. Drop splashing on a dry smooth surface. *Physical Review Letters*, 94(18), 184505.

- Yan, Y.G., Tay, J.H. 1997. Characterisation of the granulation process during uasb start-up. *Water Research*, 31(7), 1573-1580.
- Yap, C.Y., Patterson, W.I., Carreau, P.J. 1979. Mixing with helical ribbon agitators: Part III. Non-Newtonian fluids. *AIChE Journal*, 25(3), 516-521.
- Yarin, A.L. 2006. Drop impact dynamics: splashing, spreading, receding, bouncing. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 38, 159-192.
- Yen, P.S., Chen, L.C., Chien, C.Y., Wu, R.M., Lee, D.J. 2002. Network strength and dewaterability of flocculated activated sludge. *Water Research*, 36(3), 539-550.
- Yu, G.H., He, P.J., Shao, L.M., He, P.P. 2008. Stratification structure of sludge flocs with implications to dewaterability. *Environmental Science & Technology*, 42(21), 7944-7949.
- Yuan, D., Wang, Y. 2013. Influence of extracellular polymeric substances on rheological properties of activated sludge. *Biochemical Engineering Journal*, 77, 208-213.
- Zaiat, M., Rodrigues, J.A.D., Foresti, E. 2000. External and internal mass transfer effects in an anaerobic fixed-bed reactor for wastewater treatment. *Process Biochemistry*, 35(9), 943-949.
- Zhang, J.B. 2011. Procédé de traitement anaérobie des boues et de valorisation du biogaz. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine.
- Zhang, J.B., Poncin, S., Wu, J., Li, H.Z. 2011. A multiscale approach for studying an anaerobic multiphase bioreactor. *Chemical Engineering Science*, 66(14), 3423-3431.
- Zhang, J.B., Wu, J., Poncin, S., Hamelin, M., Li, H.Z. 2012. Microscale investigation of anaerobic biogas production under various hydrodynamic conditions. *Environmental Science & Technology*, 46(16), 8698-8704.
- Zhang, M.G., Zhang, L.H., Jiang, B., Yin, Y.G., Li, X.G. 2008. Calculation of metzner constant for double helical ribbon impeller by computational fluid dynamic method. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 16(5), 686-692.
- Zheng, Y.M., Yu, H.Q. 2007. Determination of the pore size distribution and porosity of aerobic granules using size-exclusion chromatography. *Water Research*, 41(1), 39-46.
- Zhou, W., Imai, T., Ukita, M., Li, F., Yuasa, A. 2007. Effect of loading rate on the granulation process and granular activity in a bench scale UASB reactor. *Bioresource Technology*, 98(7), 1386-1392.
- Zima-Kulisiewicz, B.E., Díez, L., Kowalczyk, W., Hartmann, C., Delgado, A. 2008. Biofluid mechanical investigations in sequencing batch reactor (SBR). *Chemical Engineering Science*, 63(3), 599-608.
- Zima, B.E., Díez, L., Kowalczyk, W., Delgado, A. 2007. Sequencing batch reactor (SBR) as

optimal method for production of granular activated sludge (GAS) - fluid dynamic investigations. *Water Science and Technology*, 55(8-9), 151-158.

Macleod, F. A., Guiot, S. R., Costerton, J. W. 1990. Layered structure of bacterial aggregates produced in an upflow anaerobic sludge bed and filter reactor. *Applied and Environmental Microbiology*, 56(6), 1598–1607.

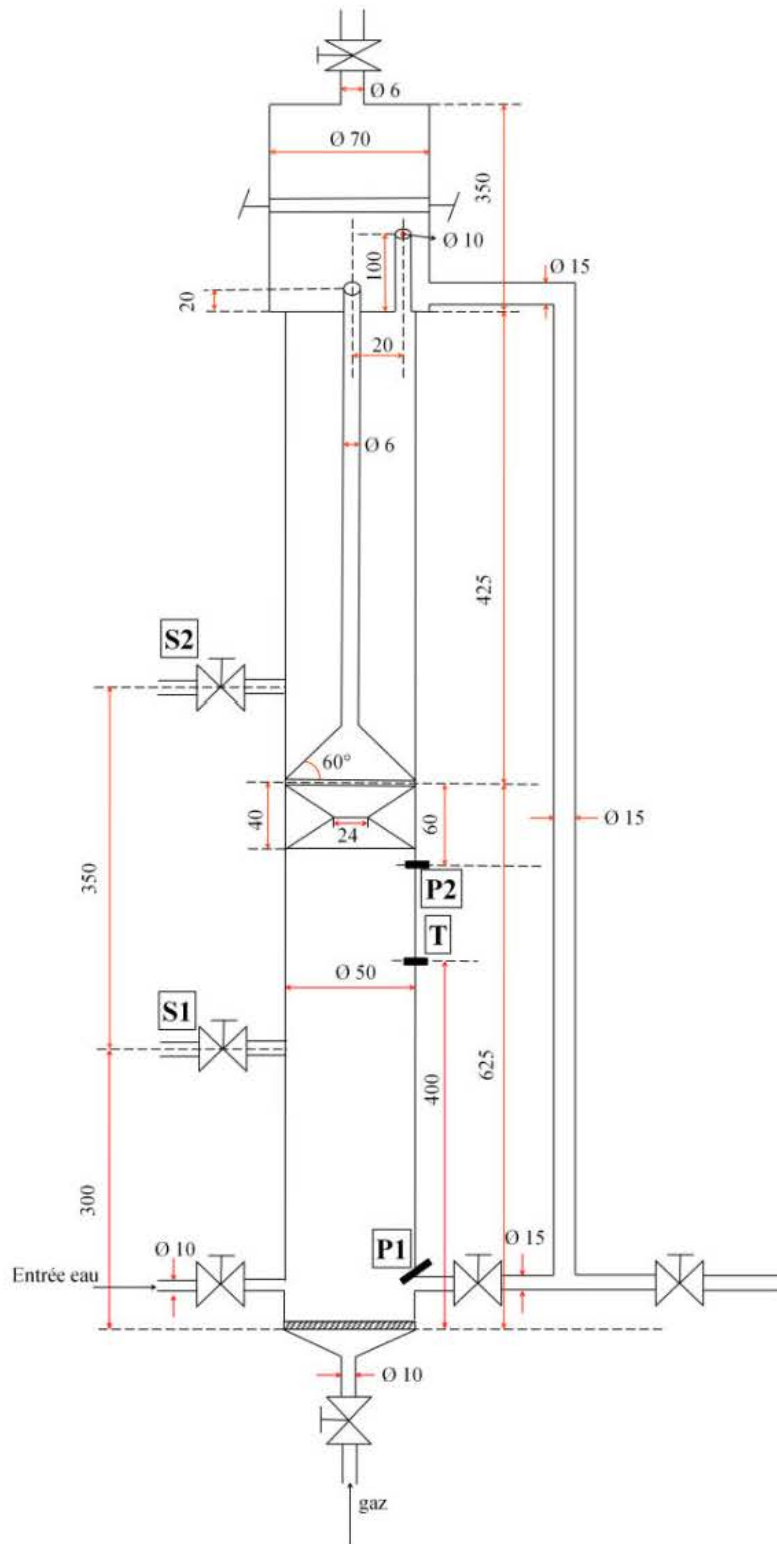
Hulshoff Pol, L.W., Van de Worp, J.J.M., Lettinga, G., Beverloo, W.A. 1986. Physical characterization of anaerobic granular sludge. Proceedings of the NVA-EWPCA Water Treatment Conference, Schiedam, Netherlands.

Batchelor, G.K., Green, J.T. 1972. The determination of the bulk stress in a suspension of spherical particles to order  $c_2$ . *Journal of Fluid Mechanics*, 56(3), 401-427.



# Annexes

## A1. Dimension détaillée du réacteur 3D







# Caractérisation hydrodynamique des réacteurs anaérobies produisant du biogaz et fonctionnant en batch et en continu

## Résumé

Ce travail est consacré à une étude approfondie sur le procédé anaérobie pour les traitements des eaux usées et des boues d'épuration afin d'améliorer la production de biogaz. Tout d'abord, l'hydrodynamique dans un réacteur de type circulation interne (IC) a été caractérisée en maquette froide. La vitesse de circulation du liquide dépend davantage de l'écoulement de la phase gazeuse que de la phase solide, l'influence du débit de liquide entrant étant la plus faible des trois. La taille de bulles influe non seulement sur la vitesse de cisaillement mais aussi sur les types d'interactions bulles-granules.

L'effet de la vitesse de cisaillement moyenne a ensuite été étudié dans une cuve agitée en maquette chaude. Lorsque la vitesse de cisaillement moyenne augmente, le débit de biogaz passe par un maximum pour une valeur de  $6,8 \text{ s}^{-1}$ , tandis que le pourcentage en méthane diminue continuellement. La déformation des granules est provoquée par cisaillements et collisions, à masse volumique constante.

A micro-échelle, une déformation locale d'un cratère à l'extrémité du canal d'acheminement du biogaz est découverte pour la première fois. Le diamètre de ce cratère est proportionnel à la taille du pore, et la pression de compression de la microbulle estimée par la loi de Laplace est comparable à la résistance mécanique du granule mesurée par la pénétrométrie.

Enfin, l'étude s'attache aux propriétés rhéologiques de boues digérées hautement concentrées. Un comportement rhéofluidifiant à seuil de contrainte, et un comportement viscoélastique sont caractérisés. L'effet de la concentration en solide est beaucoup plus significatif que celui de la température. En outre, des expériences d'impact par une bille sur des boues digérées hautement concentrées sont réalisées pour révéler sa dynamique transitoire. Un modèle simplifié de la traînée est établi pour estimer le module de l'élasticité ainsi que la viscosité d'impact.

**Mots clés :** procédé anaérobie, hydrodynamique, rhéologie, biogaz, cisaillement, PIV

## Hydrodynamic characterization of anaerobic reactor producing biogas and operating under batch and continuous condition

### Abstract

This work is devoted to an in-depth study on the anaerobic process for wastewater treatment and sewage sludge treatment in order to intensify the biogas production. Firstly, the hydrodynamic in an internal circulation (IC) reactor was characterized by experimental simulation. The relative importance of the three phases is ordered as gas > solid > liquid for the liquid circulation velocity. The bubble size affects not only the shear rate but also the types of interaction between bubbles and granules.

Then the effect of mean shear rate was investigated in an anaerobic stirred tank reactor. With the increase of mean shear rate, the flow rate of biogas passes through a maximum at the shear rate of  $6.8 \text{ s}^{-1}$ , while the methane content decreases continuously. The deformation of granules is induced by shear stress and collisions; nevertheless the granules' density remains unchanged.

At micro-scale, a local deformation in the shape of crater located at the extremity of biogas channel was detected for the first time. The crater diameter is proportional to the size of gas exit pore, and the compression pressure of the microbubble estimated by the Young-Laplace equation compares favorably with the mechanical resistance of granule measured by penetrometry.

Finally, the study focused on the rheological properties of the highly concentrated digested sludge. A shear thinning behavior with a yield stress and a viscoelastic property were characterized. The effect of solid content is much more significant than that of temperature. Furthermore, the experiments of a sphere impacting on the highly concentrated digested sludge were carried out to reveal its transient dynamics. A simplified drag force model was established to estimate the elasticity modulus and the impact viscosity.

**Key words :** anaerobic process, hydrodynamics, shear, rheology, biogas, PIV