



**HAL**  
open science

# Étude de l'impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues résiduaires en filtre presse

Sarah Berthault

► **To cite this version:**

Sarah Berthault. Étude de l'impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues résiduaires en filtre presse. Sciences de l'ingénieur [physics]. 2015. dumas-01581959

**HAL Id: dumas-01581959**

**<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-01581959>**

Submitted on 5 Jan 2022

**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.

---

Etude de l'impact de la digestion anaérobie sur la  
déshydratabilité des boues résiduaires en filtre presse.

---

**BERTHAULT Sarah**



Mémoire de fin d'études présenté dans le cadre de  
l'obtention du diplôme d'ingénieur de l'ENGEES.

*Stage réalisé du 5 janvier au 26 juin 2015*

Promotion Manche 2012 - 2015  
Spécialité GEstion De l'Eau dans les Milieux Urbains  
Institut national de Recherche en Sciences et Technologies pour l'Environnement et  
l'Agriculture (Montoldre – Allier)

Avec le soutien financier de l'Office National de l'Eau et des milieux Aquatiques  
Encadrants : Romain Girault, Julian Tosoni



## Remerciements

Plusieurs personnes ont contribué au bon déroulement de ce stage de fin d'études, je tiens donc à les remercier :

A Romain Girault, directeur adjoint de l'unité de recherche d'IRSTEA, un grand merci pour son écoute attentive, son soutien constant, et sa disponibilité tout au long de ce stage malgré nos plannings respectifs chargés.

A mon maître de stage, Julian Tosoni, merci pour son esprit positif, ses conseils et sa disponibilité, ainsi que l'autonomie qu'il a su me donner durant ces 6 mois de stage.

Je tiens également à remercier Jean-Claude Mégnien et Yohann Clément, pour leur aide précieuse apportée au laboratoire, les voyages en voiture, leur gentillesse et leur disponibilité sans faille. De nombreux essais n'auraient pu arriver à termes sans eux.

Merci à Emilie Dieudé-Fauvel, pour la réalisation des tests supplémentaires de mesures électriques sur les boues, qui ont permis d'apporter des compléments d'informations bien utiles à cette étude.

Un grand merci également à Justine Tosoni, pour sa patience lors de la relecture difficile mais néanmoins bénéfique de ce rapport.

Enfin, je remercie l'ensemble du personnel d'IRSTEA, pour sa bonne humeur durant les heures de travail et en dehors, ainsi que la disponibilité de chacun vis-à-vis de mes nombreuses requêtes.

## Résumé

### **Etude de l'impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues résiduares en filtre presse**

De nos jours, le traitement des boues d'épuration est devenu un enjeu économique et social majeurs des pays industrialisés. Pour minimiser leurs volumes et optimiser leurs propriétés d'usage, ces boues doivent être déshydratées à l'aide de procédés de déshydratation mécaniques industriels. Un autre processus peut également être utilisé pour réduire leur volume, tout en produisant une énergie renouvelable, et tend à se développer en France : la digestion anaérobie. Cependant, l'impact de ce procédé sur la déshydratabilité des boues résiduares reste mal connu et peut entraîner des dysfonctionnements sur les STEP dont les causes ne sont pas clairement identifiées. L'objectif de cette étude est donc d'étudier l'impact de la digestion anaérobie, et de ses paramètres de fonctionnement, sur la déshydratabilité des boues résiduares, pour le procédé de déshydratation en filtre presse. Un état de l'art sur la déshydratation et la digestion anaérobie des boues a d'abord été réalisé. Ensuite, des essais en laboratoire ont permis d'une part, d'étudier l'impact de la digestion en analysant des boues issues de stations, avant et après digestion anaérobie industrielle, et d'autre part, d'étudier l'impact des paramètres de dimensionnement et de fonctionnement du digesteur en laboratoire (temps de séjour hydraulique, ratio boue primaire/ secondaire et ajout de co-substrats). Ces résultats expérimentaux ont ainsi permis de mieux comprendre les processus mis en jeu lors de la digestion, et de les relier à ceux mis en jeu lors de la déshydratation .

Mots clés : traitement des boues, digestion anaérobie, déshydratation mécanique, filtre press.

## Abstract

### **Study of the impacts of anaerobic digestion on residual sludge dewaterability, in filter press**

Nowadays, treatment of sewage sludge is an economic and social major challenge for developed countries. To minimize the volumes and optimize their use properties, this sludge has to be dewatered by means of industrial and mechanical processes of dewatering. Another process can also be used to reduce their volume and produce energy, and tends to expend in France : the anaerobic digestion. However, the impact of this process on the dewatering efficiency of residual sludge remains difficult to understand and can induce dysfunctions on the water treatment plant. And their origin can be not clearly identified. The aim of this study is to analyse the impact of the anaerobic digestion, and its operating parameters, on the dewaterability of sludge, considering filter press dewatering process. First, a state of the art on the sludge dewatering and the anaerobic digestion has been realized. Then, the study of the impact of anaerobic digestion by analyzing sludge from water treatment plants has been realised, before and after industrial anaerobic digestion. Eventually, experiments were conducted to study the impact of the design and operating parameters of the digester (hydraulic retention time, ratio between primary and secondary sludge, and addition of co-substrates). These experimental results helped to better understand the processes involved during anaerobic digestion, and to connect them to those involved during mechanical dewatering process.

Key words : sludge treatment, anaerobic digestion, mechanical dehydration, filter press.

## Sommaire

|                                                                                                                                        |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Liste des figures.....                                                                                                                 | 8  |
| Liste des tableaux.....                                                                                                                | 10 |
| Glossaire.....                                                                                                                         | 11 |
| Liste des abréviations.....                                                                                                            | 12 |
| 1 Introduction.....                                                                                                                    | 13 |
| 2 Etat de l’art des procédés de digestion anaérobie et de déshydratation mécanique des boues d’épuration.....                          | 14 |
| 2.1 La digestion anaérobie des boues résiduaires.....                                                                                  | 14 |
| 2.1.1 Définition générale.....                                                                                                         | 14 |
| 2.1.2 Réactions biologiques dans le digesteur.....                                                                                     | 15 |
| 2.1.3 Paramètres de la digestion.....                                                                                                  | 16 |
| 2.1.4 Mis en œuvre de la digestion sur les STEP (cf annexe 1).....                                                                     | 17 |
| 2.1.5 Impacts généraux sur les propriétés des boues.....                                                                               | 18 |
| 2.2 La déshydratation mécanique des boues liquides.....                                                                                | 19 |
| 2.2.1 Le conditionnement des boues.....                                                                                                | 19 |
| 2.2.2 La déshydratation des boues.....                                                                                                 | 19 |
| 2.2.3 Fonctionnement d’un filtre presse.....                                                                                           | 20 |
| 2.3 Les propriétés et caractéristiques des boues qui impactent la déshydratation.....                                                  | 22 |
| 2.3.1 Les états de l’eau.....                                                                                                          | 22 |
| 2.3.2 Les exopolymères.....                                                                                                            | 22 |
| 2.3.3 L’hydrophobicité des boues.....                                                                                                  | 25 |
| 2.3.4 Le rôle des cations.....                                                                                                         | 25 |
| 2.3.5 Influence du pH.....                                                                                                             | 26 |
| 2.4 Impact de la digestion anaérobie sur les performances des procédés de déshydratation mécanique.....                                | 27 |
| 2.4.1 Impacts sur la déshydratation et la floculation.....                                                                             | 27 |
| 2.4.2 Impact de la digestion anaérobie sur les propriétés des boues influençant leur déshydratabilité.....                             | 28 |
| 2.4.3 Impacts sur les retours en tête.....                                                                                             | 31 |
| 2.4.4 Impact des facteurs d’optimisation de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues : exemple de la co-digestion..... | 33 |
| 3 Conclusion.....                                                                                                                      | 34 |
| 4 Matériels et méthodes.....                                                                                                           | 35 |
| 4.1 Sites de prélèvements.....                                                                                                         | 35 |

|       |                                                                                                |    |
|-------|------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 4.2   | Méthodes analytiques de caractérisation physico-chimique des boues .....                       | 35 |
| 4.2.1 | Mesure des MS, MV, MM, et du taux d'abattement des MV .....                                    | 35 |
| 4.2.2 | Mesures chimiques et mesure du CST sur les boues. ....                                         | 36 |
| 4.3   | Mesures électriques .....                                                                      | 37 |
| 4.4   | Conditionnement des boues .....                                                                | 37 |
| 4.4.1 | Dose optimale de chlorure ferrique par test de CST.....                                        | 38 |
| 4.4.2 | Dose optimale de polymère par test d'égouttage .....                                           | 38 |
| 4.5   | Tests de déshydratation .....                                                                  | 39 |
| 4.5.1 | En Cellule de Filtration Tangentielle (CFT) .....                                              | 39 |
| 4.5.2 | En centrifugeuse.....                                                                          | 41 |
| 4.5.3 | En cellule de filtration compression (CFC).....                                                | 41 |
| 4.6   | Evaluation des retours en têtes liés au processus de digestion.....                            | 41 |
| 4.7   | Réalisation des tests de digestion en laboratoire .....                                        | 42 |
| 4.7.1 | Fabrication des digesteurs batch.....                                                          | 42 |
| 4.7.2 | Mise en place des essais de digestion. ....                                                    | 43 |
| 4.7.3 | Validation du dispositif pilote.....                                                           | 44 |
| 4.8   | Evaluation de l'impact du TSH.....                                                             | 44 |
| 4.9   | Evaluation de l'impact du ratio BP/BS dans le digesteur .....                                  | 44 |
| 4.10  | Evaluation de l'ajout de co-substrat dans les boues du digesteur.....                          | 45 |
| 5     | Résultats et discussion .....                                                                  | 47 |
| 5.1   | Impact de la digestion anaérobie industrielle sur les performances de déshydratation des boues | 47 |
| 5.1.1 | Impacts de la digestion sur les caractéristiques globales de la boue.....                      | 47 |
| 5.1.2 | Impact de la digestion anaérobie sur le conditionnement des boues .....                        | 50 |
| 5.1.3 | Impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues.....                        | 53 |
| 5.1.4 | Qualité des filtrats issus de la CFT .....                                                     | 54 |
| 5.1.5 | Discussion opérationnelle (cf annexe 9) .....                                                  | 55 |
| 5.2   | Impact du TSH du digesteur sur les performances de déshydratation des boues.....               | 58 |
| 5.2.1 | Impact du TSH sur les caractéristiques globales des boues digérées .....                       | 59 |
| 5.2.2 | Impact du TSH sur le conditionnement des boues.....                                            | 62 |
| 5.2.3 | Impact du TSH sur la déshydratabilité des boues. ....                                          | 63 |
| 5.2.4 | Qualité des filtrats issus de la CFT selon le TSH.....                                         | 65 |
| 5.2.5 | Discussion opérationnelle .....                                                                | 65 |
| 5.3   | Etude de l'impact des ratios BP/BS sur la digestion.....                                       | 67 |

|       |                                                                                                                                                  |    |
|-------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 5.4   | Etude de l'impact de l'ajout de différents co-substrats dans les boues destinées à la digestion anaérobie.....                                   | 68 |
| 5.4.1 | Impact de l'ajout de co-substrats sur les propriétés globales des boues. ....                                                                    | 68 |
| 5.4.2 | Impact de l'ajout des co-substrats sur le conditionnement.....                                                                                   | 69 |
| 5.4.3 | Impact de l'ajout de co-substrat dans les digesteurs sur la déshydratabilité des boues.<br>70                                                    |    |
| 5.4.4 | Qualité du filtrat issus de la CFT, selon le co-substrat ajouté .....                                                                            | 71 |
| 6     | Conclusion générale .....                                                                                                                        | 72 |
|       | Bibliographie.....                                                                                                                               | 74 |
|       | Annexes .....                                                                                                                                    | 79 |
|       | Annexe 1 : schéma de principe d'un digesteur anaérobie industriel (extrait de Solagro, 2001. ....                                                | 79 |
|       | Annexe 2 : représentation schématique de la CFT du laboratoire .....                                                                             | 83 |
|       | Annexe 3 : représentation schématique des filières de traitement des boues des 3 stations étudiées.....                                          | 80 |
|       | Annexe 4 : exemples de courbes de cinétique durant la déshydratation en CFC.....                                                                 | 83 |
|       | Annexe 5 : courbes de $FeCl_3$ obtenues pour les boues analysées avant et après digestion anaérobie industrielle:.....                           | 85 |
|       | Annexe 6 : courbes d'égouttage pour différents polymères testés sur l'ensemble des boues. ....                                                   | 86 |
|       | Annexe 7 : Tableau récapitulatif des différentes doses optimales en agent de conditionnement, pour toutes les boues analysées .....              | 88 |
|       | Annexe 8 : exemple de courbes de mesures d'impédances électriques et calculs de la conductivité sur la totalité des échantillons analysés :..... | 89 |
|       | Annexe 9 : Tableau récapitulatif des données pour la partie discussion opérationnelle sur les boues avant et après digestion industrielle .....  | 91 |
|       | Annexe 10 : courbes de biogaz obtenues pour l'ensemble des réacteurs batch de l'étuve, pour les essais de TSH. : .....                           | 92 |

## Liste des figures

|                                                                                                                                                                                                                                |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 1 : origines et trajectoire des boues dans la filière de traitement. ....                                                                                                                                               | 14 |
| Figure 2 : schéma des différentes réactions biologiques se produisant dans un digesteur anaérobie. ....                                                                                                                        | 15 |
| Figure 3 : dégradation de la MS pendant la digestion anaérobie, source Reverdy et al, IRSTEA 2012.....                                                                                                                         | 18 |
| Figure 4 : schéma présentant les différents éléments constitutifs d'un filtre presse.....                                                                                                                                      | 21 |
| Figure 5 : Schématisation de l'évolution de la zone de gel entourant les particules de matière sèche dans la boue floculée. Extrait du rapport de travail de fin d'études de T Merdjan, 2014, p80. ....                        | 24 |
| Figure 6 : Evolution de la dose de polymère en fonction du TSH. Extrait de Novak et al, 2004 .....                                                                                                                             | 28 |
| Figure 7 : évolution de la dose de polymère en fonction de la teneur en protéines et polysaccharides. Extrait de Novak et al, 2004. ....                                                                                       | 28 |
| Figure 8 : mesure de CST effectué sur des bf et des bd issues de 6 STEP différentes, extrait de Houghton et al, 2000. ....                                                                                                     | 28 |
| Figure 9 : impact de la digestion anaérobie sur le rendement des EPS, extrait de Houghton et al, 2000.....                                                                                                                     | 29 |
| Figure 10 : relation entre le rendement d'EPS et le CST mesuré pour les boues digérées et non digérées, extrait de Houghton et al, 2000.....                                                                                   | 29 |
| Figure 11 : évolution du CST normalisé en fonction du TSH, extrait de Ye et al, 2014. ....                                                                                                                                     | 30 |
| Figure 12 : évolution du CST brut en fonction du TSH, extrait de Novak et al, 2003. ....                                                                                                                                       | 30 |
| Figure 13 : évolution de la teneur en EPS dans la partie soluble (LB content) et insoluble (TB content) des boues, extrait de Ye et al, 2014. ....                                                                             | 30 |
| Figure 14 : évolution de la teneur en protéines (PN) et polysaccharides (PS) dans la partie soluble et insoluble des EPS, extrait de Ye et al, 2014. ....                                                                      | 31 |
| Figure 15 : Charges représentées par les retours en tête issus de la déshydratation du digestat sur les stations étudiées dans le cadre du projet et d'une station étudiée dans le cadre d'un projet financé par l'Onema. .... | 32 |
| Figure 16 : photo du prototype de la CFT du laboratoire. ....                                                                                                                                                                  | 39 |
| Figure 17 : Membrane en caoutchouc utilisée lors de la phase de compactage du gâteau de boue. ....                                                                                                                             | 40 |
| Figure 18 : bidon-méthaniseur réalisé en laboratoire pour les essais de digestion. ....                                                                                                                                        | 43 |
| Figure 19 : photos des compteurs, de l'étuve et de l'intérieur où sont placés les bidons-méthaniseurs. ....                                                                                                                    | 43 |
| Figure 20 : graisse fournie par la STEP de St-Etienne.....                                                                                                                                                                     | 46 |
| Figure 21 : teneur en MS présentes dans les boues, avant et après digestion industrielle.....                                                                                                                                  | 47 |
| Figure 22 : teneur en MV présentes dans les boues, avant et après digestion industrielle. ....                                                                                                                                 | 47 |
| Figure 23: taux d'abattement des MV selon les 3 types de boues introduites dans le digesteur industriel. ....                                                                                                                  | 48 |
| Figure 24: concentrations en NTK mesurées sur les boues fraîches des 3 stations.....                                                                                                                                           | 48 |
| Figure 25 : concentrations en azote ammoniacal mesurées sur les boues de Lyon et St-Etienne, avant et après digestion anaérobie. ....                                                                                          | 48 |
| Figure 26 : concentrations en orthophosphates mesurées dans les 3 bf et les digestats correspondant.....                                                                                                                       | 49 |
| Figure 27 : mesure du CST sur les boues avant et après digestion, pour les 3 stations.....                                                                                                                                     | 50 |
| Figure 28 : évolution du CST en fonction de la dose de FeCl <sub>3</sub> ajoutée pour Lyon, avec des doses « classiques » pour les boues digérées. ....                                                                        | 51 |
| Figure 29 : évolution du CST en fonction de la dose de FeCl <sub>3</sub> ajoutée pour Lyon, avec un « surdosage » pour les boues digérées. ....                                                                                | 51 |
| Figure 30 : dose de FeCl <sub>3</sub> retenue pour le conditionnement pour l'ensemble des boues de stations analysées. ....                                                                                                    | 51 |
| Figure 31 : dose et type de polymère retenu pour le conditionnement et pour l'ensemble des boues analysées. ....                                                                                                               | 52 |
| Figure 32 : siccités finales des boues de stations après déshydratation en cellule de filtration tangentielle. ....                                                                                                            | 53 |
| Figure 33 : siccités finales des boues de stations après déshydratation en centrifugeuse.....                                                                                                                                  | 53 |
| Figure 34 : concentrations en azote total et ions ammonium mesurées dans les filtrats issus de la CFT, pour les 3 boues, avant et après digestion anaérobie.....                                                               | 54 |
| Figure 35 : Concentrations en Pt et en orthophosphates mesurées dans les filtrats issus de la CFT, pour les 3 boues, avant et après digestion anaérobie.....                                                                   | 55 |

|                                                                                                                                                                                                        |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 36 : réduction du volume de boues digérées, en considérant un volume de boue fraîche de 100L. ....                                                                                              | 55 |
| Figure 37 : quantité de $FeCl_3$ consommé pour le conditionnement des différents volumes de boues calculés. ....                                                                                       | 56 |
| Figure 38 : quantité de polymère consommé (solution commerciale à 50%) pour le conditionnement des différents volumes de boues calculés. ....                                                          | 56 |
| Figure 39 : comparaison entre les volumes de boues déshydratées correspondant à un volume fixé de 100L de boues fraîches et les volumes de boues digérées correspondant. ....                          | 57 |
| Figure 40 : % de la charge entrante en azote représentés par les retours en têtes pour les Bf et Bd de Lyon et Bourg en Bresse. ....                                                                   | 58 |
| Figure 41 : % de la charge entrante en phosphore représentés par les retours en têtes pour les Bf et Bd de Lyon et Bourg en Bresse. ....                                                               | 58 |
| Figure 42 : évolution de la MS et du taux d'abattement des MV dans les boues en fonction du TSH pour les réacteurs batch, et pour les boues de station analysées (marqueurs bleu, rouge et vert). .... | 59 |
| Figure 43 : pH dans les digestats en fonction du TSH. ....                                                                                                                                             | 60 |
| Figure 44 : production de gaz en NL en fonction du TSH pour chacun des 3 digestats du laboratoire. ....                                                                                                | 60 |
| Figure 45 : production de gaz en NL/kg de MV introduite en fonction du TSH pour chacun des 3 digestats du laboratoire. ....                                                                            | 60 |
| Figure 46 : évolution du CST en fonction du TSH, pour les 3 digestats issus des essais en laboratoire. ....                                                                                            | 61 |
| Figure 47 : évolution du CST normalisé en fonction du TSH, pour les 3 digestats issus des essais en laboratoire. ....                                                                                  | 61 |
| Figure 48 : évolution des doses optimales de $FeCl_3$ en fonction du CST cible et du TSH, pour les 3 digestats. ....                                                                                   | 62 |
| Figure 49 : évolution de la dose optimale de polymère pour le conditionnement pour les 3 boues, en fonction du TSH. ....                                                                               | 62 |
| Figure 50 : évolution de la siccité finale des boues après déshydratation en CFT, en fonction du TSH. ....                                                                                             | 63 |
| Figure 51 : évolution de la siccité finale des boues après déshydratation en centrifugeuse, en fonction du TSH. ....                                                                                   | 63 |
| Figure 52 : évolution de la concentration en ammonium en fonction du TSH dans le filtrat issu de la CFT, pour les 3 digestats. ....                                                                    | 65 |
| Figure 53 : évolution de la consommation en $FeCl_3$ (à gauche) et polymère (à droite) en fonction du TSH dans les digestats issus de Lyon, et la Bf et Bd de la station. ....                         | 66 |
| Figure 54 : Volume de boues déshydratées issus des digestats suivant le TSH. ....                                                                                                                      | 66 |
| Figure 55 : % de la charge en entrée représentée par l'azote et le phosphore du filtrat issus de la déshydratation en CFT pour la boue de Lyon. ....                                                   | 67 |
| Figure 56 : évolution de la production de gaz des 3 réacteurs batch pour l'analyse de l'impact du ratio BP/BS sur la digestion. ....                                                                   | 67 |
| Figure 57 : concentrations en MS dans le mélange initial Bf + co-substrats, et dans le digestat correspondant en fin de digestion. ....                                                                | 68 |
| Figure 58 : concentrations en MV dans le mélange initial Bf + co-substrats, et dans le digestat correspondant en fin de digestion. ....                                                                | 68 |
| Figure 59 : Taux d'abattement des MV selon les 3 types de mélanges introduits dans les digesteurs. ....                                                                                                | 69 |
| Figure 60 : siccités obtenues en CFT pour les 3 digestats. ....                                                                                                                                        | 70 |
| Figure 61 : siccités obtenues en centrifugeuse pour les 3 digestats. ....                                                                                                                              | 70 |
| Figure 62 : concentrations en ammonium mesurée sur les 3 digestats, pour l'étude de l'impact de l'ajout de co-substrat. ....                                                                           | 71 |
| Figure 63 : schéma de principe d'un digesteur anaérobie industriel, extrait de Solagro (2001). ....                                                                                                    | 79 |
| Figure 64: Représentation schématique du fonctionnement de la cellule de filtration tangentielle en phase de filtration. ....                                                                          | 83 |
| Figure 65 : Représentation schématique du fonctionnement de la membrane de compactage durant la déshydratation. ....                                                                                   | 83 |
| Figure 66 : filière de traitement des boues de la STEP de Lyon. ....                                                                                                                                   | 80 |
| Figure 67 : filière de traitement des boues de la STEP de St-Etienne. ....                                                                                                                             | 81 |

|                                                                                                                                                                                    |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 68 : filière de traitement des boues de la STEP de Bourg en Bresse.....                                                                                                     | 82 |
| Figure 69 : courbe d'évolution de la siccité des gâteaux de boue en CFC pour les boues mixtes et digérées de Lyon.....                                                             | 84 |
| Figure 70 : zoom sur les courbes d'évolution de la siccité des gâteaux de boue en CFC.....                                                                                         | 84 |
| Figure 71 : Courbes de FeCl <sub>3</sub> obtenues pour la boue mixte de Lyon, et la boue digérée avec un CST cible de 40s.....                                                     | 85 |
| Figure 72 : Courbes de FeCl <sub>3</sub> obtenues pour la boue secondaire de Bourg en Bresse, et la boue digérée avec un CST cible de 55s.....                                     | 85 |
| Figure 73 : Courbes de FeCl <sub>3</sub> obtenues pour la boue primaire de St-Etienne, et la boue digérée avec un CST cible de 40s.....                                            | 85 |
| Figure 75 : Courbes d'égouttage des Bf (à gauche) et Bd (à droite) de la STEP de St-Etienne. ....                                                                                  | 86 |
| Figure 74 : Courbes d'égouttage des Bf (à gauche) et Bd (à droite) de la STEP de Lyon. ....                                                                                        | 86 |
| Figure 76 : courbes d'égouttage des Bf (à gauche) et Bd (à droite) de la STEP de Bourg en Bresse. ....                                                                             | 86 |
| Figure 77 : courbe d'égouttage pour la boue mixte de St-Etienne utilisée pour les essais de digestion en laboratoire. ....                                                         | 87 |
| Figure 78 : courbes d'impédances électriques tracées pour les Bf et Bd de la STEP de Lyon, et les digestats issus des essais en laboratoire.....                                   | 89 |
| Figure 79 : courbe d'évolution de la conductivité sur les digestats des essais en laboratoire en fonction du TSH, et des boues fraîches et digérées prélevées sur les 3 STEP. .... | 89 |
| Figure 80 : Conductivités calculées sur les digestats issus de l'étude sur l'impact des co-substrats.....                                                                          | 90 |
| Figure 81 : production de gaz par kg de MV détruite pour l'étude sur l'impact du TSH pour les 3 digestats. ....                                                                    | 92 |
| Figure 82 : Courbe de production de biogaz des 9 réacteurs batch contenant le digestat de Lyon.....                                                                                | 93 |
| Figure 83 : Courbe de production de biogaz des 5 réacteurs batch contenant le digestat de St-Etienne.....                                                                          | 93 |
| Figure 84 : Courbe de production de biogaz des 3 réacteurs batch contenant le digestat de Bourg en Bresse. .                                                                       | 93 |

## Liste des tableaux

|                                                                                                                                                                                                                                                 |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tableau 1 : tableau récapitulatif des différents paramètres de la digestion anaérobie.....                                                                                                                                                      | 17 |
| Tableau 2 : bilan des performances sur 20 STEP pratiquant la digestion sur des boues mixtes, source SOLAGRO 2001. ....                                                                                                                          | 18 |
| Tableau 3 : impacts quantitatifs des retours en tête de certains procédés de traitements des boues, source IRSTEA 2012. ....                                                                                                                    | 32 |
| Tableau 4 : impacts quantitatifs des retours en tête pour 3 systèmes de traitement différents, source IRSTEA 2012. ....                                                                                                                         | 32 |
| Tableau 5:caractéristiques des 3 stations de prélèvements des boues.....                                                                                                                                                                        | 35 |
| Tableau 6 : caractéristiques des co-substrats ajoutés .....                                                                                                                                                                                     | 45 |
| Tableau 7 : différentes quantités introduites dans les réacteurs batch .....                                                                                                                                                                    | 45 |
| Tableau 8 : Coût total du conditionnement pour 100L de Bf et le volume de boue digérée correspondant. ....                                                                                                                                      | 57 |
| Tableau 9 : doses de FeCl <sub>3</sub> et de polymère choisies pour le conditionnement selon le digestat.....                                                                                                                                   | 69 |
| Tableau 10 : Tableau récapitulatif des doses de FeCl <sub>3</sub> , du type et des doses de polymère utilisées pour le conditionnement sur les boues de station analysées et sur les essais de digestion en laboratoire.....                    | 88 |
| Tableau 11 : tableau récapitulatif des calculs de volumes de boues après digestion, des volumes de boues déshydratées, et des consommations en agents de conditionnement, avec les données des boues avant et après digestion industrielle..... | 91 |
| Tableau 12 : calcul des coûts liés à la consommation en agent de conditionnement sur les 3 STEP analysées...                                                                                                                                    | 91 |
| Tableau 13 : valeurs d'étalonnage des différents compteurs de gaz et erreur associées. ....                                                                                                                                                     | 92 |

## Glossaire

**Boues** : mélange de liquide et de matières solides issus des stations de traitement des eaux usées. Les boues sont classées parmi les déchets.

**Colmatage** : phénomène d'encrassement par apport de particules fines qui limite les possibilités d'écoulement de l'eau à travers un milieu perméable.

**Co-digestion** : digestion de boue mélangée à d'autres substrats.

**Digestion anaérobie** : processus naturel de dégradation de la matière organique par des bactéries, en l'absence d'oxygène.

**Eaux usées** : les eaux usées correspondent à des eaux qui ont été utilisées par l'homme. Il s'agit d'une expression moderne, apparue au 20<sup>ème</sup> siècle.

**Equivalent-habitant** : unité de mesure de pollution correspondant à la pollution rejetée en moyenne par un habitant en zone urbaine.

**Filtrat** : liquide issu des boues et obtenu après la déshydratation de ces dernières.

**Hydrophobicité** : un composé est dit hydrophobe si il repousse l'eau ou est repoussé par l'eau.

**Inoculum** : boue digérée mélangée à de la boue fraîche pour lancer le démarrage de la digestion.

**Matières en suspension (MES)** : désigne l'ensemble des matières solides insolubles présentes dans un liquide et visibles à l'œil nu.

**Osmose** : phénomène naturel qui tend à équilibrer les potentiels chimiques au sein d'un système.

**Porosité** : grandeur physique qui conditionne les capacités d'écoulement et de rétention d'un substrat.

**Pression osmotique** : pression générée par la force de transfert nécessaire à l'équilibre osmotique au sein d'un système.

**Retour en tête** : liquide constitué d'eaux plus ou moins concentrées en substances polluantes dissoutes qui peuvent être issus des différents traitements que va subir la boue.

**Réacteur batch** : en génie des procédés, réacteur idéal discontinu ou fermé.

**Siccité** : concentration en matière sèche présente dans un échantillon de boue.

**Titre Alcalimétrique Complet** : grandeur utilisée pour mesurer le taux d'hydroxydes et de carbonates présents dans les boues.

## Liste des abréviations

**AGV** : Acides Gras Volatiles

**Bd** : Boue digérée : boue ayant subi une digestion.

**Bf** : Boue fraîche: désignation d'une boue liquide n'ayant pas subi de digestion anaérobie.

**BM** : Boues Mixtes : mélange de boues dites primaires et de boues dites secondaires

**BP** : Boues Primaires : boues issues de la décantation primaire dans la filière de traitement des eaux usées.

**BS** : Boues Secondaires : boues issues de la décantation secondaire dans la filière de traitement des eaux usées.

**CST** : Capillary Suction Time : temps de succion capillaire : temps que met une boue à laisser échapper son eau à travers une membrane filtrante.

**EPS**: Extra cellular Polymeric Substances : les exopolymères.

**IRSTEA** : Institut national de Recherche en Sciences et Technologies pour l'Environnement et l'Agriculture.

**LB content** : Loosely-Bound content : partie soluble des EPS présents dans les boues.

**MA** : Matière active.

**MO** : Matière Organique : matière présente dans la boue et produite par les êtres vivants.

**MM** : Matière minérale.

**MS** : Matière Sèche : ensemble des matières organiques, minérales et volatiles présentes dans la boue.

**MV** : Matière Volatile : fraction biodégradable de la Matière Sèche, assimilée au MO dans les boues.

**NTK** : azote total Kjeldhal.

**NH<sub>4</sub><sup>+</sup>** : ion ammonium.

**ONEMA** : Office National de l'Eau et des Milieux Aquatiques.

**P<sub>t</sub>** : Phosphore Total.

**PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>** : orthophosphates

**TAC** : Titre Alcalimétrique Complet

**TB content** : Tightly-Bound content : partie insoluble des EPS présents dans les boues

**TSH** : TSH Hydraulique

**PN** : Protéines

**PS** : Polysaccharides

**RSF** : Résistance Spécifique à la filtration

**STEP** : Station d'Épuration des Eaux Usées.

# 1 Introduction

Le traitement des eaux usées représente aujourd'hui un enjeu environnemental et économique majeur de nos sociétés modernes. Les normes de rejets de plus en plus strictes imposées par la législation européenne poussent les gouvernements à favoriser le développement de stations de traitements, en réponse à l'expansion des villes et des réseaux d'assainissement collectifs. Les boues, déchets issues de ce traitement, sont estimées représenter pas moins de 50% du coût de traitement, et 60% de l'impact environnemental (Dentel, 2014). Ainsi, afin de diminuer leurs volumes, et donc les coûts, et de faciliter leurs manipulations, des procédés de déshydratation sont utilisés pour réduire leur teneur en eau. Pour cela, plusieurs procédés peuvent être utilisés. En France, 68% des boues déshydratées sont issues de centrifugeuses, 23% de filtres presses et 9% de filtre à bandes, avec de grandes disparités suivant les régions selon l'ONEMA. Une fois déshydratées, les principales issues pour les boues sont la valorisation agricole (25% épandage et 37% compostage), ou l'incinération (34%). La mise en centre d'enfouissement elle, reste limitée aux déchets ultimes depuis 2002, et tend à être progressivement abandonnée (4% en 2014).

D'autre part, le processus de digestion anaérobie des boues tend à se développer, car il permet non seulement une diminution du volume de boues produites, mais également une valorisation énergétique de ces dernières, grâce à la production de biogaz. Actuellement en France, une centaine de stations d'épuration des eaux usées (STEU) d'une capacité supérieure à 30 000 équivalents habitants utilisent la digestion anaérobie dans leur filière de traitement des boues. Cela représente 30% de la capacité totale du parc d'épuration et environ 20 millions d'équivalent-habitants (Solagro, 2001). Cependant, l'impact de ce procédé sur la déshydratabilité des boues résiduelles reste mal connu et peut entraîner des dysfonctionnements sur les stations d'épuration dont les causes ne sont pas clairement identifiées.

Les objectifs du stage sont d'une part de déterminer quels sont les paramètres de la digestion qui influent sur les propriétés des boues et également sur leur déshydratation, et de quelles manières impactent ils, et d'autre part d'analyser ces impacts d'un point de vue opérationnel, en terme de conditionnement des boues et d'impacts sur les retours en tête de station, dans l'optique de permettre éventuellement une optimisation de ce processus.

Ce mémoire a été réalisé au sein du laboratoire de caractérisation des boues de l'Institut national de Recherche en Sciences et Technologies pour l'Environnement et l'Agriculture (IRSTEA) de Montoldre, dans l'Allier. IRSTEA est un établissement public à caractère scientifique et technologique français, composés de 9 centres de recherches. Cette étude s'inscrit dans le cadre d'une thèse financée par l'ONEMA, visant à comprendre les facteurs de contrôle de la déshydratabilité des boues résiduelles. L'impact de la digestion anaérobie, dans le cadre d'une déshydratation en filtre presse, a été étudiée en particulier ici. Dans un premier temps, un état de l'art sur la déshydratation et la digestion anaérobie des boues a été réalisé. Ensuite, des essais en laboratoire ont permis d'une part, d'étudier l'impact de la digestion en comparant des boues issues de stations, avant et après digestion anaérobie industrielle, et d'autre part, d'étudier l'impact des paramètres de dimensionnement et de fonctionnement du digesteur en laboratoire (TSH hydraulique, ratio boue primaire/ boue secondaire, co-substrats... ).

## 2 Etat de l'art des procédés de digestion anaérobie et de déshydratation mécanique des boues d'épuration

### 2.1 La digestion anaérobie des boues résiduaires

#### 2.1.1 Définition générale

La digestion anaérobie est un processus biologique de dégradation de la matière organique MO (également appelée matière volatile MV) des boues par des bactéries, en l'absence d'oxygène. Ce processus conduit à la production d'une boue digérée et de biogaz, essentiellement constitué de méthane pouvant être valorisé comme source d'énergie, et de dioxyde de carbone.

Les boues impliquées dans ce processus sont issues de la filière de traitement des eaux usées. Elles peuvent être dites primaires, secondaires, mixtes, ou bien tertiaires (figure n°1). Elles se composent de matière organique et de matière minérale (MM), le tout formant les matières sèches (MS). La matière organique dans les boues représente la fraction potentiellement biodégradable de la matière sèche. D'après Solagro (2001), elle constitue environ 70 à 80% de cette dernière pour les boues primaires, et 50% pour les boues digérées.

Avant d'être digérées, les boues doivent être préalablement épaissies, soit par décantation gravitaire (épaississement statique), ou par épaississement dynamique (égouttage...), afin d'augmenter leur concentration en matière sèche (dite siccité). Cette valeur de siccité passe alors d'environ 1% en sortie de la filière eau, à environ 5% après épaississement. Une fois cette étape achevée, les boues sont récupérées puis amenées dans des réacteurs anaérobies infiniment mélangés, appelés digesteurs ou méthaniseurs. Elles vont alors être « digérées » pendant une période prédéterminée, et à température donnée (figure n°1).

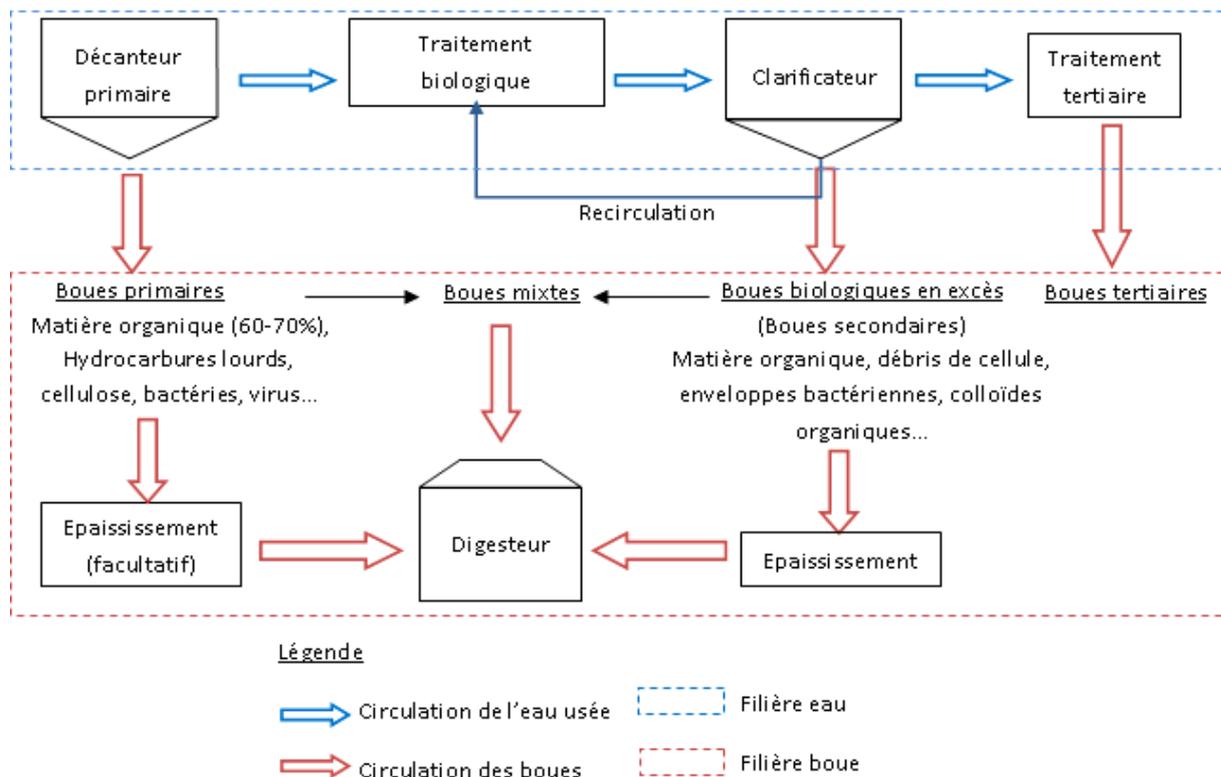


Figure 1 : origines et trajectoire des boues dans la filière de traitement.

## 2.1.2 Réactions biologiques dans le digesteur

Au cours de la digestion, les matières volatiles en suspension subissent les 4 types de réactions biologiques suivantes (figure n°2):

- 1) **L'hydrolyse** : les bactéries hydrolytiques produisent des enzymes capables d'hydrolyser les molécules complexes comme les polysaccharides, les protéines, et les lipides en molécules simples, solubles, capables d'être transportées à travers la paroi cellulaire pour être par la suite dégradées à l'intérieur de la bactérie (Bitton 2005 ; Gerardi 2003)
- 2) **L'acidogénèse** : les bactéries acidogènes et fermentatives dégradent les composés produits par l'étape d'hydrolyse. Les monomères sont transformés en acides organiques (KHATIB et al, 2013)
- 3) **L'acétogénèse** : les acides organiques comprenant une chaîne carbonée supérieure à deux carbones et certains alcools (butyrate, propionate, éthanol...) subissent une transformation en acétate, H<sub>2</sub>, formate et CO<sub>2</sub> par les bactéries acétogènes (R El Khatib et al, 2013). Leur activité dépend de la concentration en hydrogène dans le milieu.
- 4) **La méthanogénèse** : les produits de l'acétogénèse sont convertis en CO<sub>2</sub> et CH<sub>4</sub> par les microorganismes méthanogènes selon deux voies possibles (acétoclastique et hydrogénotrophe).

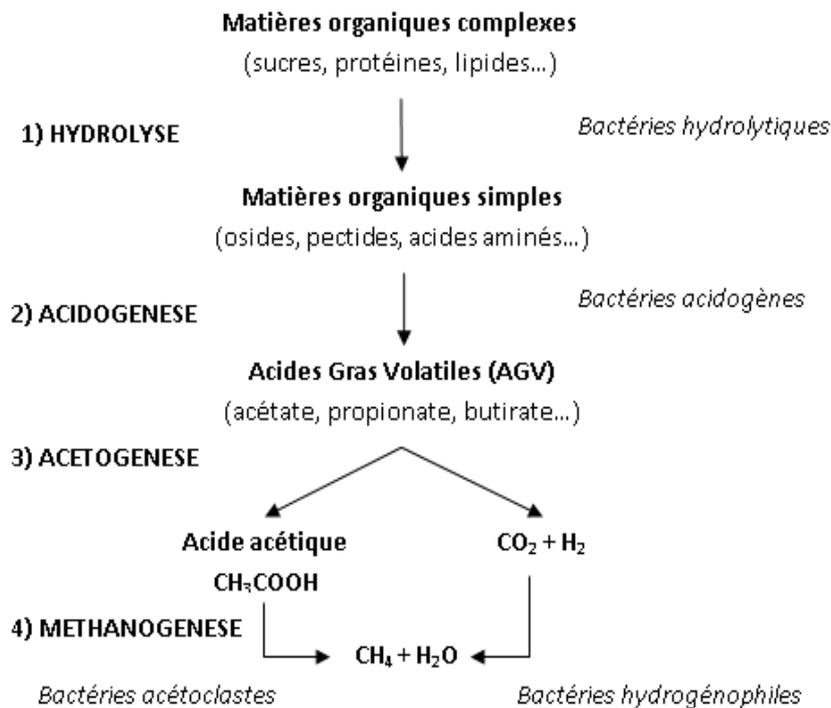


Figure 2 : schéma des différentes réactions biologiques se produisant dans un digesteur anaérobie.

### 2.1.3 Paramètres de la digestion

#### ➤ *Le Temps de Séjour Hydraulique (TSH)*

C'est le principal paramètre de dimensionnement du digesteur. Le TSH des boues dans les digesteurs de STEP est couramment compris entre 20 et 30 jours. En réacteur continu infiniment mélangé, il est défini par le volume du réacteur (V) divisé par le débit des boues fraîches ( $Q_b$ ) :

$$TSH = V/Q_b \quad (2.1)$$

Un TSH satisfaisant est obtenu avec un volume de réacteur suffisant, et une concentration en MS des boues fraîches suffisantes (siccité entre 3 et 6%) limitant le débit à traiter (Camacho et Prévot, 2005).

#### ➤ *La charge organique*

La charge organique dans le digesteur est définie par la quantité de matière volatile admise par  $m^3$  de digesteur et par jour. Elle peut être comprise entre 0,8 et 1,8 Kg de MVS/ $m^3$ /jr (Camacho et Prévot, 2005). Cette donnée permet de réguler le débit des boues entrantes en digestion. Elle peut être déterminée à l'aide de la formule suivante :

$$CO = \frac{C_b * MV_b * Q_b}{V} \quad (2.2)$$

Avec :

CO : charge organique (kgMV/ $m^3$ /jr) ;  $C_b$  : concentration des boues fraîches en MS (g/l)  
MV<sub>b</sub> : % MV (/MS) ;  $Q_b$  : débit des boues fraîches ( $m^3$ /jr) ; V : volume du réacteur ( $m^3$ )

#### ➤ *La température*

Il existe 2 principaux types de digestion anaérobie appliquée aux boues :

- La digestion mésophile : c'est la digestion la plus utilisée en France. La température à l'intérieur du digesteur doit alors être comprise entre 35 et 37 °C.
- La digestion thermophile : les boues sont chauffées autour de 50 °C. D'après Camacho et Prévot (2005), ce type de digestion permet d'obtenir une meilleure structure des boues, une meilleure désinfection et une amélioration de la déshydratabilité. Pour Solagro (2001), elle permet de réduire le TSH et d'augmenter la production de biogaz. Cependant, elle demande des dépenses calorifiques plus fortes, et présente une grande sensibilité aux variations de température et de charge.

Il est également possible de combiner les 2 types de digestion. Pour cela, une digestion thermophile est réalisée durant 2-3 jours, avec une charge organique entre 10 et 15 kgMV/ $m^3$ /j, puis une phase mésophile, à 37 °C durant 12-15 jours. Cela permet de réduire le TSH environ de moitié par rapport à une digestion en une phase. Cette séparation des phases permettrait de plus un développement optimal de chacun des groupes bactériens utiles au cours de la digestion, ainsi qu'un

volume de réacteur réduit de moitié, et un fonctionnement biologique beaucoup plus stable (Camacho et Prévot, 2005).

➤ *Autres paramètres*

Le pH est également un paramètre important de la digestion. D'après Khatib et al (2013), le pH optimal pour la digestion se situe entre 6,4 et 7,4. Ce pH permettrait alors le développement des bactéries méthanogènes de type *archaea*. Un pH inférieur à 6,2 limiterait quant à lui l'activité enzymatique des bactéries méthanogènes, et un pH très basique ou très acide entraînerait un dysfonctionnement voir l'arrêt de la méthanisation.

Selon Camacho et Prévot (2005), la concentration en Acides Gras Volatiles (AGV) au cours de la digestion peut être comprise entre 100 et 500mg de CH<sub>3</sub>COOH/L, le Titre Alcalimétrique Complet (TAC) entre 1500 et 6500mg de CaCO<sub>3</sub>/L, tandis que le rapport AGV/TAC doit être inférieur à 0,25. En effet, les acides gras produits lors de la digestion ont tendance à diminuer le pH, tandis que l'alcalinité (TAC) représente le pouvoir tampon du milieu. Ainsi, la valeur de 0.25 est considérée comme la valeur limite au-delà de laquelle il serait difficile d'obtenir un pH de digestion satisfaisant. Ce rapport sert donc d'indicateur de la stabilité du réacteur, et notamment du pH.

La concentration de la boue en entrée est comprise entre 30 et 80 g/l, avec un optimum à 60g/l selon Solagro (2001). Les concentrations en sortie sont de l'ordre de 15 à 25 g/l (Lyonnaise des eaux CIRSEE, Mai 2002).

Les différents paramètres énoncés sont ainsi regroupés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau 1 : tableau récapitulatif des différents paramètres de la digestion anaérobie**

| Paramètres | TSH      | Température          | Charge                               | pH      | AGV/TAC | Concentration des boues en entrée | Concentration des boues en sortie |
|------------|----------|----------------------|--------------------------------------|---------|---------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| Valeurs    | 20-30 jr | 35-37 °C<br>ou 50 °C | 0,8 à 1.8<br>kgMS/m <sup>3</sup> /jr | 6,4-7,4 | <0,25   | 30 à 80 g/l                       | 15 à 25 g/l                       |

### 2.1.4 Mis en œuvre de la digestion sur les STEP (cf annexe 1)

Les boues entrantes dans le digesteur sont appelées boues fraîches (Bf). Elles constituent le substrat. Les boues digérées (Bd) se trouvant déjà dans le digesteur constituent l'inoculum. Pour être chauffées, les boues passent le plus souvent par un circuit externe de recirculation. Elles sont alors pompées depuis le fond du digesteur, puis passent en règle générale dans un échangeur externe à eau chaude (dispositif le plus sûr et le plus utilisé actuellement), pour ensuite retourner dans la bêche d'alimentation du digesteur où elles sont mélangées à des boues fraîches. Ce mélange permet à ces dernières de les réchauffer et de les alimenter en bactéries méthanogènes (Solagro, 2001).

Les boues sont également brassées, par injection de biogaz dans le digesteur, ou à l'aide d'agitateurs à pales. Le gaz est comprimé (1 à 2 bars), injecté par le fond dans des cannes situées au centre du digesteur puis il remonte vers la surface avec un débit de l'ordre de 1 à 1.5 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>.h de surface libre de digestion (Solagro, 2001).

Le gaz produit est récupéré en haut du digesteur. Il peut être stocké pour compenser les variations quotidiennes de production. Il est alors gardé dans des cloches gazométriques en

communication avec les digesteurs (Camacho et Prévot, 2005). Une partie de ce gaz produit va être utilisé comme énergie au sein de la station. Le reste pourra alors être revalorisé comme source d'électricité ou de chaleur.

Il est également possible d'introduire dans le digesteur un autre substrat en plus des boues fraîches, appelé co-substrat, dans le but d'augmenter la production de gaz. Il peut s'agir de graisses issues de station, ou d'autres déchets organiques tels que des déchets verts par exemple.

### 2.1.5 Impacts généraux sur les propriétés des boues

La digestion permet une élimination de 40 à 55% des MV, et une réduction d'environ un tiers de la masse totale et du volume total des boues (Camacho et Prévot, 2005). Le taux d'abattement dépend de plus de la nature des boues. En effet, selon Solagro (2001), qui se base sur l'étude de 20 STEP pratiquant la digestion anaérobie sur des boues mixtes, le taux d'abattement sur ces dernières est en moyenne de 41% sur les MS, et 56% sur les MV (tableau 2). Ce taux passe à 20% sur les MS et 30% sur les MV pour des boues d'aération prolongée.

Tableau 2 : bilan des performances sur 20 STEP pratiquant la digestion sur des boues mixtes, source SOLAGRO 2001.

|                                                                | MINIMUM | MOYENNE | MAXIMUM |
|----------------------------------------------------------------|---------|---------|---------|
| <b>Entrée digestion</b>                                        |         |         |         |
| Teneur initiale MS                                             | 3,5 %   | 4,7 %   | 5,9 %   |
| Taux initial MV (% MS)                                         | 72 %    | 75 %    | 78 %    |
| <b>Sortie digestion</b>                                        |         |         |         |
| Concentration finale MS                                        | 1,8 %   | 2,8 %   | 3,8 %   |
| Concentration finale MV (% MS)                                 | 50 %    | 57 %    | 64 %    |
| <b>Taux abattement</b>                                         |         |         |         |
| Sur matières volatiles                                         | 48 %    | 56 %    | 64 %    |
| Sur matières sèches                                            | 36 %    | 41 %    | 48 %    |
| <b>Productivité en méthane</b>                                 |         |         |         |
| m <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> /t de matière volatile dégradée | 240     | 550     | 780     |
| m <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> /t de matière sèche introduite  | 120     | 225     | 320     |

D'après Camacho et Prévot (2005), la teneur, la nature et la structure de la MV influent sur le rendement d'élimination de celle-ci. Les rendements les plus élevés sont donc obtenus avec les teneurs initiales en MO les plus élevées (boues primaires et/ou fortes charges). Avec des boues de type aération prolongée, ce rendement peut s'abaisser à 30-40% selon eux. De même, Barber (2005), montre que pour 100% de boues secondaires, un taux de destruction des MV de 35% est atteint, tandis que pour 100% de boues primaires, le taux de dégradation est de 60%.

Les matières minérales elles, restent constantes dans l'absolue, tandis que leur proportion augmente avec la diminution des matières organiques (figure 3).

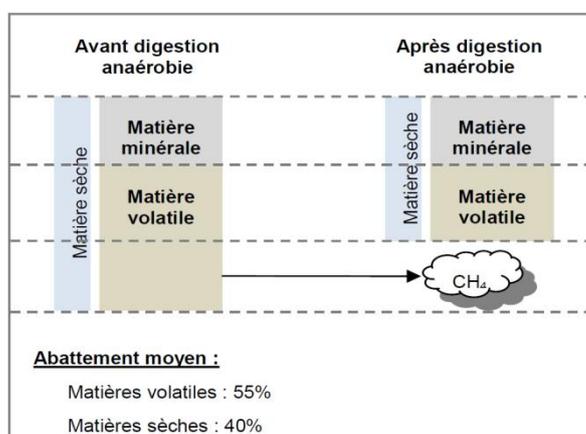


Figure 3 : dégradation de la MS pendant la digestion anaérobie, source Reverdy et al, IRSTEA 2012.

La digestion permet également d'obtenir des boues stabilisées (pas de fermentation ultérieure), et réduit ainsi les émissions d'odeurs lors du stockage et de l'épandage. Elle réduit également leur teneur en germes pathogènes (Solagro 2001, Appels et al, 2008).

Selon Camacho et Prévot (2005), une digestion stabilisée signifie la production d'environ 65% de méthane ( $\text{CH}_4$ ), 25% de  $\text{CO}_2$ , et une faible quantité de dihydrogène ( $\text{H}_2$ ) et sulfure d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{S}$ ). La production totale de gaz est alors estimée entre 900 et 1000 L/kgMV détruite, soit 585 à 650L de  $\text{CH}_4$ /kgMV détruite. Solagro (2001) quant à lui donne une productivité moyenne de 550L de  $\text{CH}_4$ /kgMV détruite, soit 225 L  $\text{CH}_4$ /kgMS introduite.

## 2.2 La déshydratation mécanique des boues liquides

La déshydratation est un processus mécanique permettant d'évacuer une partie de l'eau contenue dans les boues, et donc ainsi d'augmenter leur siccité jusqu'à une valeur finale. L'objectif est de faciliter par la suite leur transport, stockage, incinération ou valorisation. C'est la dernière étape dans la filière de traitement des boues. Elle est toujours précédée d'une étape de conditionnement de ces dernières, qui permet de faciliter leur déshydratation.

### 2.2.1 Le conditionnement des boues

Le conditionnement est un procédé de nature chimique (ajout de coagulants minéraux ou polymères de synthèses), qui facilite la déshydratation. Il permet en effet d'augmenter la taille des particules de la boue en formant des floccs, facilitant ainsi la séparation entre les matières en suspension et la phase aqueuse. Cette étape doit donc s'effectuer juste avant la phase de déshydratation.

Le conditionnement dans le cadre d'une déshydratation en filtre presse s'effectue la plupart du temps en 2 étapes :

1. Ajout de sels de fer ou d'aluminium tel que le chlorure ferrique : ils conduisent à la formation de floccs fins mais mécaniquement très résistants. Cela permet de limiter le phénomène de colmatage au niveau du média filtrant.
2. Ajout de polyélectrolytes cationiques (polymères) : ils permettent de former des floccs moins hydrophiles après la précoagulation au sel ferrique.

### 2.2.2 La déshydratation des boues

La déshydratation des boues peut s'effectuer par filtration (filtres presses, filtres à bandes), centrifugation, ou à l'aide de lits de séchages plantés de roseaux. Dans le cadre de cette étude, les filtres presses seront les principaux procédés étudiés.

Le filtrat, qui est le liquide récupéré en fin de déshydratation, est renvoyé en tête de station pour être de nouveau traité. La boue déshydratée obtenue peut être soit pâteuse, (14 à 25% de siccité) avec l'utilisation de la centrifugeuse, soit solide (plus de 25% de siccité), avec un filtre presse par exemple (Raynaud 2010).

### 2.2.3 Fonctionnement d'un filtre presse

Il existe plusieurs types de filtres presse dont :

- Les filtres presse à plateaux chambrés,
- Les filtres presse à membranes,

Ce sont des appareils travaillant selon le principe de filtration sous fortes pressions. Ils sont, avec les centrifugeuses, les appareils les plus utilisés dans le traitement des boues. Leur atout majeur est de présenter les siccités finales les plus élevées parmi tous les appareils de déshydratation.

Aujourd'hui, les filtres presses à membranes représentent une amélioration technique des filtres presse à plateaux classiques, et tendent à les remplacer. Il s'agit en fait de filtres conventionnels auxquels sont rajoutées des membranes intégrées aux plateaux. Ces membranes permettent, en plus d'une phase de filtration, une phase de compactage du gâteau de boue. Cette amélioration permet ainsi d'obtenir une valeur de siccité encore plus grande que les filtres dits classiques.

Dans le cadre de cette étude, seuls les filtres presses à membranes seront étudiés.

#### 2.2.3.1 Les éléments constitutifs d'un filtre presse à membranes

Ils sont constitués des éléments suivants (figure 4) :

1. Une succession de plateaux chambrés,

Ils sont recouverts d'une toile filtrante permettant la filtration. Les chambres sont étanches à la matière solide et perméable à la phase liquide.

2. Des membranes intégrées aux plateaux,

L'une des faces internes de chaque chambre est revêtue d'une membrane polypropylène ou caoutchouc, tandis que l'autre face reste classique. Elles permettent de compacter le gâteau obtenu à la fin de la phase de filtration.

3. Un vérin hydraulique,

Il assure l'étanchéité au plan de joint des différents plateaux.

4. Un bâti fixe,

Le bâti à un rôle de support pour le maintien des chambres de filtration.

5. Une pompe et une conduite d'alimentation,

6. Des conduites d'évacuation du filtrat.

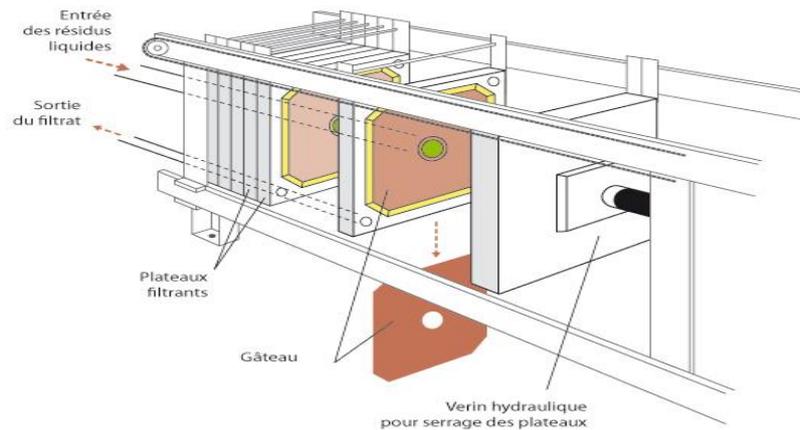


Figure 4 : schéma présentant les différents éléments constitutifs d'un filtre presse.

### 2.2.3.2 Les étapes de la déshydratation des boues en filtre presse à membranes

La déshydratation des boues se déroule suivant plusieurs étapes :

#### 1) Début de la filtration

La suspension de boue floculée est introduite dans le filtre, alimenté par une pompe volumétrique. Le gâteau commence à se former et le débit de filtrat est important.

#### 2) Formation du gâteau de boue à débit constant

Le gâteau est partiellement formé contre les toiles. Le débit de filtrat diminue et la pression augmente dans le dispositif avec le remplissage des chambres.

#### 3) Gâteau formé à pression constante

Le gâteau est totalement formé. La pression dans les chambres atteint sa valeur maximale (8 bars environ). Le débit de filtrat devient de plus en plus faible puis nul au final

#### 4) Compactage du gâteau formé

Le pompage est arrêté et les membranes sont mises sous pression (15 bars) pendant 15 à 45 minutes selon les boues. Les membranes permettent d'exercer une pression uniforme sur toute la surface du gâteau.

#### 5) Débâtissage du gâteau

Les gâteaux de boues sont libérés des chambres. Un raclage peut être nécessaire pour décoller les derniers morceaux de gâteaux.

Au final, l'utilisation du filtre presse permet d'obtenir des valeurs de siccité des gâteaux de boue de l'ordre de 25%, ce qui facilite ainsi le stockage ou la valorisation des boues.

Cependant, il présente l'inconvénient d'un fonctionnement discontinu. De plus, les performances du procédé dépendent fortement du conditionnement de la boue, d'où des contraintes supplémentaires à respecter en terme de dosages de coagulant et floculant, afin de garantir une constance dans les gâteaux de boue obtenus.

## 2.3 Les propriétés et caractéristiques des boues qui impactent la déshydratation

### 2.3.1 Les états de l'eau

L'eau dans les boues peut se trouver sous forme d'eau libre, ou bien d'eau liée.

L'eau libre représente la part la plus importante dans la boue liquide. Elle ne subit pas l'influence des particules solides en suspension, et l'influence de la force de capillarité (Vaxelaire, 2004). Elle est donc relativement facile à évacuer, soit par drainage, épaissement, égouttage ou bien par déshydratation mécanique.

L'eau liée se présente quant à elle sous 3 catégories :

➤ *L'eau interstitielle*

Selon Raynaud (2010), il s'agit d'eau emprisonnée entre les espaces interstitiels des floccs, ou retenue à l'intérieur. Cette eau peut devenir libre suite à la destruction de ces entités.

➤ *L'eau vicinale*

L'eau vicinale est constituée de plusieurs couches d'eau, qui sont liées à la surface des particules solides par des liaisons hydrogènes. Contrairement à l'eau interstitielle, qui est libre de migrer dans le système après l'élimination du confinement physique, l'eau vicinale continue d'adhérer à la surface (Raynaud, 2010). Certains auteurs la qualifient d'eau liée physiquement (Mowla, 2013).

➤ *L'eau d'hydratation*

L'eau d'hydratation est liée chimiquement aux molécules et nécessite de très fortes dépenses en énergie pour être extraite. Elle constitue donc un facteur limitant pour la déshydratation mécanique des boues (Mowla, 2013).

**Ainsi, selon les teneurs en eau libre et liée dans la boue, une siccité élevée sera plus ou moins difficile à obtenir.**

### 2.3.2 Les exopolymères

#### 2.3.2.1 Définition

Les polymères exocellulaires, dit exopolymères, ou encore *Extracellular Polymeric Substances* (EPS) en anglais, sont, avec l'eau et les micro-organismes, les composés majoritaires de la boue activée (Li et Ganzarczyk, 1990).

D'après Houghton et al (2000), les EPS sont produits par des bactéries présentes dans l'eau, et sont soit en suspension, soit associés à la cellule bactérienne. Ils constituent une matrice contenant environ 98% d'eau et évitent la déshydratation de la cellule dans des conditions environnementales.

Selon Wigender et al (1999), Les EPS peuvent avoir 2 origines :

- La sécrétion de composés au cours du métabolisme cellulaire, de la perte de matériel venant de la paroi cellulaire, et de la lyse cellulaire.
- L'adsorption de composés apportés par les eaux usées (cellulose, acides humiques)

Les EPS sont aussi responsables de l'emprisonnement de l'eau au sein de la matrice polymérique. Cette eau liée devient alors très difficile à extraire lors de la déshydratation.

Par définition, les EPS se situent à l'extérieur des cellules bactériennes. Cependant, de nombreux auteurs proposent un concept plus nuancé (Nielsen et al, 1997; Houghton et al 2000...).

En effet, dans la plupart des cas, les EPS sont liés à la matière solide, et sont alors dit insolubles. Or, cette liaison n'est pas toujours totale, les EPS peuvent alors être divisés en 2 sous catégories distinctes :

- Les EPS dit « liés » qui entourent la cellule bactérienne, et y sont parfois même attachés,
- Les EPS dit « solubles », qui eux, sont libérés des micro-organismes et peuvent être considérés comme libre dans le système.

Bien que l'unité structurale du floc soit la bactérie, cette dernière ne représente environ que 15 à 25% de la composition totale de la MV, le reste étant occupé par les EPS, les nutriments, et l'eau. Ainsi la MV des floes des boues activées renferme 40 à 60% d'EPS (Nielsen et al, 2004).

### **2.3.2.2 Composition des EPS**

La composition des EPS dans les boues peut varier significativement d'une boue à l'autre, en fonction de son origine et de sa composition. Cependant des études ont montré que les EPS étaient composés principalement de protéines et de polysaccharides (sucres), mais également de substances humiques, ou encore d'acides nucléiques (Frolund et al, 1996).

Les protéines sont très souvent des polymères d'acides aminés ou bien des exoenzymes présents dans le liquide interstitiel des floes (Liu et Fang, 2003).

Les polysaccharides sont essentiellement constitués par des hexoses, des sucres aminés, des pentoses et des acides uroniques (Dignac et al, 1998).

Selon Wilen et al, (2003), les protéines représenteraient à elles seules environ 43% de la quantité totale des EPS présents dans la boue (EPS extraits plus EPS libres dans le système), suivi de 15 à 42% de substances humiques, et 10% à 18% de carbohydrates (polysaccharides).

Au niveau des EPS extraits, 45 à 55% sont des protéines, suivis de 30 à 33% de substances humiques, et environ 10% de carbohydrates (résultats confirmés par de nombreuses études : Frolund et al, 1996 ; Urbain et al, 1993 ; Bura et al, 1998 ; Dignac et al, 1998...). Les constituants chimiques de ces EPS extraits représenteraient seulement 10 à 15% des protéines, 20 à 25% des substances humiques, et 10% des carbohydrates.

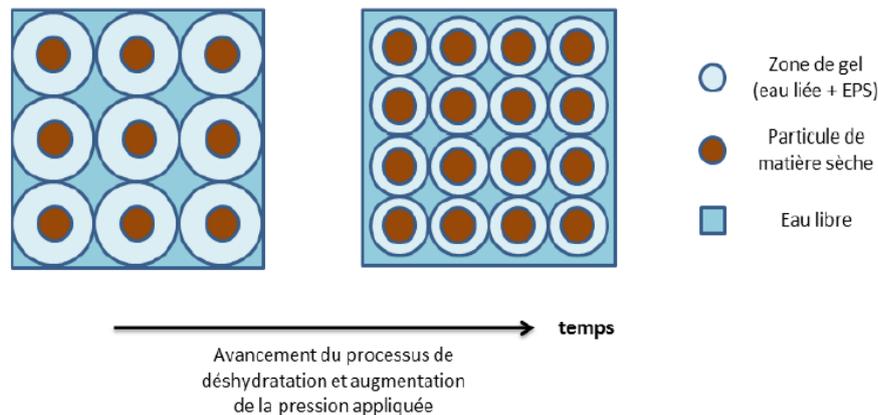
### **2.3.2.3 Rôle des EPS sur la structure des floes et la déshydratation**

Les EPS développent une grande surface d'échange par unité de volume, ce qui favorise la formation et la croissance des floes par l'agglomération des bactéries entre elles. Ils contribuent ainsi à une organisation structurée de la boue dans laquelle le transport de l'eau entre les floes est facilité (Raynaud, 2010). Avec une augmentation de la teneur en EPS, la structure des boues est moins

sensible au cisaillement, et leur degré de dispersion (concentration massique en solides dispersés/concentration totale en solide) en est réduit (Raynaud, 2010).

Selon Merdjan (2014), les floes présents dans la boue sont entourés d'une zone composée d'EPS solubles et d'eau liée, qui forme une sorte de gel. Schématiquement, cela représente une bogue aqueuse entourant chacune des particules solides (figure 5). Cette matrice d'EPS empêcherait alors les particules d'entrer en contact entre elles. Cette zone est considérée infranchissable par le solide, mais accessible à l'écoulement du fluide.

Ainsi, au cours du processus de déshydratation, lors de la phase de filtration, la cellule est très rapidement remplie par les floes de boue qui forment un massif de porosité très élevée. La zone de gel entourant les particules possède alors un volume important. Plus la pression appliquée augmente, et plus la matrice d'EPS est compressée, et donc plus sa taille diminue du fait de l'extraction de l'eau présente. Les particules solides peuvent alors se rapprocher au fur et à mesure. Le gâteau devient plus compact, sa siccité augmente et la porosité diminue. L'extraction de l'eau dans la zone assimilable à un gel est donc liée à la pression appliquée. Cependant, il existe un seuil au-delà duquel l'eau liée ne peut plus être extraite par simple déshydratation mécanique sous pression.



**Figure 5 : Schématisation de l'évolution de la zone de gel entourant les particules de matière sèche dans la boue flocculée. Extrait du rapport de travail de fin d'études de T Merdjan, 2014, p80.**

Les floes de boue activée sont donc composés majoritairement d'eau, qui est, pour une grande partie, liée aux EPS (Keiding et al, 2001). Jin et al (2004), indiquent que les protéines et les polysaccharides contribuent de manière significative à lier l'eau à l'intérieur des floes. Les EPS contribuent donc au taux d'hydratation des boues, et de ce fait à leur déshydratabilité.

Certains auteurs, (Kang et al, 1989, Houghton et al, 2000, 2001) constatent que pour une teneur élevée en EPS, la déshydratabilité tend à être limitée en terme de Temps de Succion Capillaire (CST) et de Résistance Spécifique à la Filtration (RSF). Le CST est un indicateur qui permet d'évaluer la capacité du floc à laisser échapper son eau à travers une membrane filtrante. Ainsi, plus sa valeur est faible et plus la boue est supposée apte à la filtration, de même pour la RSF. D'autres auteurs au contraire ont constaté l'effet inverse. Jin et al (2004), remarquent que le CST tend à diminuer avec l'augmentation de la teneur en EPS. Ils supposent que cette augmentation favorise le phénomène de floculation et limite ainsi la présence de fines particules dans la phase liquide, ce qui permet une meilleure déshydratation. Mikkelsen et Keiding (2002) quant à eux, remarquent une siccité finale du gâteau plus faible pour une boue plutôt pauvre en EPS.

D'autre part, de nombreux auteurs montrent que c'est la composition des EPS, plutôt que leur quantité, qui influencerait la déshydratation. En effet, la teneur en protéines et en polysaccharides semblent influencer le processus, bien que leurs impacts restent encore assez mal connus. D'après Higgins et Novak (1997) et Jin et al (2004), l'augmentation du taux de protéines tend à améliorer la déshydratation (mesurée en termes de CST), alors que d'autres observent l'effet inverse (Novak et al, 2001 ; Houghton et al, 2000). Les polysaccharides quant à eux, auraient tendance à avoir un effet négatif, en raison de leur propriété hydrophile (Murthy et Novak, 1999 ; Wu et al, 1982 ; Jin et al, 2004).

**En conclusion, il est difficile de déterminer le rôle exact des EPS dans le processus de déshydratation, tant les résultats observés varient significativement d'une étude à l'autre. Ces observations contradictoires sont ainsi à relativiser. En effet, une méthode de référence d'extraction des EPS n'ayant pas été véritablement établie, chaque étude peut être réalisée avec une méthode différente, pouvant ainsi conduire à des résultats significativement différents les uns des autres.**

**On peut tout de même conclure que d'une part, les EPS tendent à améliorer la floculation et permettre une structure organisée de la boue, et d'autre part, leur composition, notamment la teneur en protéines et polysaccharides, semble jouer un rôle primordial vis-à-vis de la capacité à se déshydrater d'une boue.**

### 2.3.3 L'hydrophobicité des boues

Par définition, un composé est dit hydrophobe lorsqu'il repousse l'eau ou est repoussé par l'eau. Au niveau des boues, de nombreuses études ont montré une forte corrélation entre l'hydrophobicité des cellules et leur degré de liaisons aux flocons de boues (Urbain et al, 1993 ; Jorand et al, 1994). Ainsi, de manière générale, une augmentation du pourcentage d'hydrophobicité permet une meilleure floculation des boues.

Les EPS sont également constitués de parties hydrophobes et hydrophiles (Jorand et al, 1998) et contribuent donc au taux d'hydrophobicité. Ainsi, Jin et al (2003) observent une augmentation du taux d'hydrophobicité avec l'augmentation de la teneur en EPS. D'autres études ont permis de mettre en évidence le fait que parmi les EPS, les protéines seraient les principales responsables de l'hydrophobicité des boues, tandis que les polysaccharides contribueraient à leur nature hydrophile (Jorand et al, 1998 ; Higgins et Novak, 1997, Wilen et al, 2003). D'après Jorand et al (1998), environ 12% des protéines peuvent être considérées comme hydrophobes, tandis qu'aucun polysaccharide n'était présent dans la fraction hydrophobe.

**Ainsi, plus une boue possède un caractère hydrophobe, et plus elle se déshydrate facilement. Les EPS semblent également influencer ce taux, notamment les protéines qui ont tendance à l'augmenter.**

### 2.3.4 Le rôle des cations

Sobeck et Higgins (2002) ont examiné 3 théories sur le rôle des cations dans la biofloculation. Ils en ont conclu que le modèle le mieux approprié était la théorie dite « Divalent Cation Bridging Theory » ou théorie DCB. Elle suppose que les EPS qui possèdent des groupes chargés négativement sont reliés entre eux par l'intermédiaire des cations divalents. Ce modèle de floculation met en

avant la forte implication des cations, notamment divalents, dans l'édification et la structure des floccs.

D'après Bruus et al (1992), les cations (au moins divalents), assure la stabilité des floccs en créant des ponts entre les microorganismes. Ils suggèrent l'existence de pontage entre les cations divalents et les groupes carboxylates des acides portés par les floccs et les EPS.

Sanin et Vesilind (2000), eux, montrent que pour une concentration en algininate donné (qui est un polysaccharide), l'ajout de  $\text{Ca}^{2+}$  améliore la floculation. Le  $\text{Ca}^{2+}$  va en effet créer des liaisons avec les parties chargées négativement de l'algininate, qui permettront alors la floculation.

De leur côté, Sobeck et Higgins (2001), montrent que l'ajout de cations monovalents type  $\text{Na}^+$  entraîne une migration des cations divalents de la phase solide vers la phase liquide. Cette migration peut entraîner un effondrement de la structure flocculée, et provoquer une augmentation de la turbidité du surnageant.

Ainsi, la modification de la structure des floccs en fonction de la teneur et du type de cations va également impacter la boue en termes de filtrabilité. Selon plusieurs études (Sobeck et Higgins, 2001, Jin et al, 2004, Higgins et Novak, 1997), l'ajout de cations divalents tels que le  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  permet d'améliorer les propriétés de déshydratation, en entraînant une diminution des valeurs du CST et de la RSF.

**Au final, beaucoup d'études montrent que l'ajout de cations divalents type  $\text{Ca}^{2+}$  ou  $\text{Mg}^{2+}$  permettraient d'améliorer la floculation et de ce fait, la déshydratation mécanique des boues, tandis que les cations monovalents auraient tendance à la dégrader.**

### 2.3.5 Influence du pH

Certains auteurs affirment que la déshydratation serait meilleure en milieu acide, avec un pH optimal égal à 2,5. En conditions acides, les protons présents dans le milieu neutralisent les charges négatives portés par les floccs de boues. Ainsi, d'après Neyens et al (2003), la dose de polymère cationique nécessaire pour le conditionnement serait donc réduite en milieu acide. En effet la diminution des charges de surfaces négatives par adsorption des protons à la surface des EPS permet d'atteindre une dose de polymère optimale pour un pH égal à 3.

Selon Liao et al (2003), la teneur en charge de surface négative nette est nulle pour un pH compris entre 2,6 et 3,6, lorsque le point isoélectrique est atteint. La stabilité des floccs serait donc maximale dans ces conditions, avec des forces de répulsions électrostatiques réduites au minimum, ce qui permettrait l'agglomération des fines particules. A l'inverse, en condition basique, la teneur en charges de surface négative augmente (Katsiris, 1987).

En plus de la modification des propriétés de surface des floccs, le conditionnement acide ou basique d'une boue entraînerait une hausse de la solubilisation des floccs (sur la base de mesure de DCO soluble), avec des résultats plus prononcés en milieu basique (Jin et al, 2004, Vlyssides et Karlis, 2004, Chen et al, 2007). Ce phénomène s'accompagne d'une dissolution des EPS, avec notamment un relargage des protéines vers la phase liquide (Shao et al, 2009).

En milieu basique donc (pH>9.5), la déshydratabilité des boues semblent fortement limitée, avec une RSF qui augmente de façon exponentielle avec le pH. Ce phénomène peut être expliqué en lien avec la solubilisation des floccs. En effet, cette dernière affecte la distribution des tailles de particules. Ainsi, plus le pH va être acide, et plus le taux de particules dissoutes (tailles comprises

entre 0,01 et 1  $\mu\text{m}$ ) et décantables ( $> 100\mu\text{m}$ ) sera important, tandis que les particules supracolloïdales (1 à 100  $\mu\text{m}$ ) diminueront. Au contraire, pour un pH basique, les particules supracolloïdales tendent à augmenter. Selon Karr et Keinath (1978), ces particules seraient les principales responsables du colmatage du gâteau de boue et des médias filtrants. Il est donc nécessaire de réduire leur nombre pour une meilleure déshydratation.

**En conclusion, la solubilisation des EPS couplée à l'augmentation des forces de répulsion électrostatique contribue à la déstructuration des floccs. Cette déstructuration permet de libérer l'eau piégée au sein du réseau polymérique (eau liée), et ainsi d'améliorer la déshydratation en termes de siccité finale. Cependant, cette déstructuration entraîne également la libération de fines particules (supracolloïdales) qui favorisent le colmatage du gâteau de boue et du média filtrant, provoquant alors une hausse de la résistance à l'écoulement, et ralentissant de ce fait la cinétique de déshydratation.**

D'autre part, un conditionnement acide de la suspension de boues, permettant la solubilisation des EPS et une baisse des forces de répulsion électrostatiques, améliorerait alors la déshydratation cette fois-ci en termes de cinétique et de quantité de filtrat recueilli.

## 2.4 Impact de la digestion anaérobie sur les performances des procédés de déshydratation mécanique

### 2.4.1 Impacts sur la déshydratation et la floculation

#### ➤ *Sur la déshydratation*

Il existe de nombreux avis divergents quant à l'impact de la digestion anaérobie des boues sur leur déshydratation. Pour certains auteurs (Lawler et al, 1986 ; Solagro, 2001) la digestion permettrait d'améliorer la déshydratabilité des boues. Pour d'autres, ce serait le contraire (Houghton et al, 2000). Selon Camacho et Prévot (2005), « l'expérience montre que la déshydratabilité des boues digérées reste pratiquement la même que celles des boues fraîches correspondantes ». D'autres encore suggèrent que l'impact n'est visible qu'au niveau des doses requises de polymère pour le conditionnement (Bruus et al, 1993).

Selon Hugues Vanden Bossche de Degremont, la digestion anaérobie n'améliore pas la déshydratation des boues car elle modifie leur structure, en créant d'avantage de fines dans les boues digérées, ce qui contribuerait au phénomène de colmatage.

#### ➤ *Sur la floculation*

Selon Bruus et al (1993), et Novak et al (2003), la digestion entraînerait l'hydrolyse d'exopolymères, qui vont alors être relargués en particules colloïdales, en ions, en exopolymères dissouts et en produits de déchets fermentés (AGV, alcools...). Le relargage de ces exopolymères dissouts et la dissociation des AGV, augmenteraient de ce fait la quantité de charges négatives. Ces charges vont ensuite créer des liaisons avec les polyélectrolytes, et ainsi diminuer la quantité de polymères disponible pour le conditionnement, nécessitant alors d'augmenter la dose normalement nécessaire (figure 6). Ce phénomène est communément appelé phénomène de neutralisation du polymère. Finalement, Novak et al (2003) constatent que la dose de polymère optimale est 8 à 9 fois supérieure que pour des boues digérées de façon aérobie (figure 6). Cette augmentation est

également fortement corrélée à l'augmentation de la teneur en protéines dans les boues, et en moindre mesure, de la teneur en polysaccharides (figure 7).

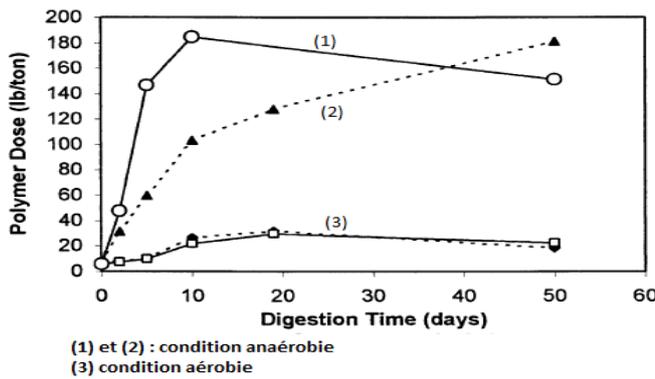


Figure 6 : Evolution de la dose de polymère en fonction du TSH. Extrait de Novak et al, 2004

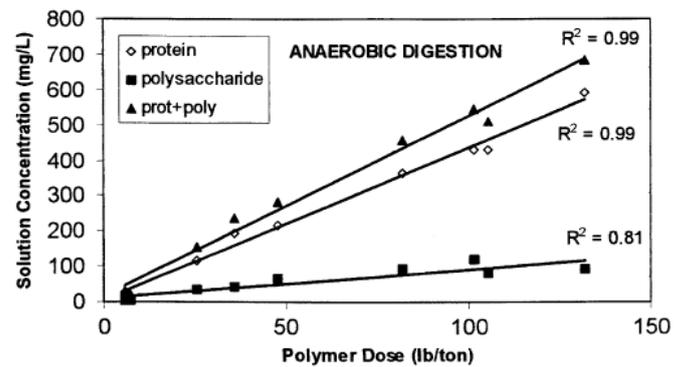


Figure 7 : évolution de la dose de polymère en fonction de la teneur en protéines et polysaccharides. Extrait de Novak et al, 2004.

Cependant, en analysant à l'échelle de la station, certains auteurs au contraire considèrent que la diminution de la masse totale des boues entraîne nécessairement une baisse de la dose de polymère nécessaire pour le conditionnement, et permet donc une économie (Solagro 2001, Camacho et Prévot, 2005).

## 2.4.2 Impact de la digestion anaérobie sur les propriétés des boues influençant leur déshydratabilité

### 2.4.2.1 Impacts de la digestion anaérobie sur les EPS

Quelques études ont permis de montrer que la digestion anaérobie avait un impact sur la teneur et la composition des EPS. Deux de ces études en particuliers ont été détaillées dans le paragraphe ci-dessous :

#### ➤ Impact de la digestion anaérobie industrielle sur les EPS

Selon Houghton et al (2000), qui ont réalisé une étude sur des boues prélevées juste avant et après digestion (sans préciser quel était le type de boue fraîche), sur 6 sites de prélèvements, le CST augmente pour les boues digérées, par rapport aux boues fraîches (figure 8). En utilisant une méthode d'extraction par centrifugation pour extraire les EPS, ils ont alors constatés que la quantité totale d'EPS diminue en moyenne de 25% sur les boues digérées (figure 9). Morgan et al (1990) ont également constaté cette diminution.

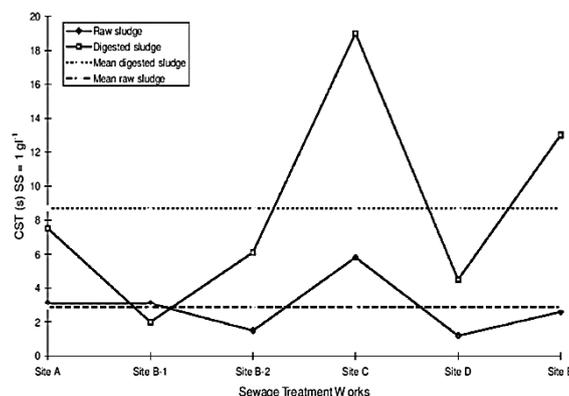


Figure 8 : mesure de CST effectué sur des bf et des bd issues de 6 STEP différentes, extrait de Houghton et al, 2000.

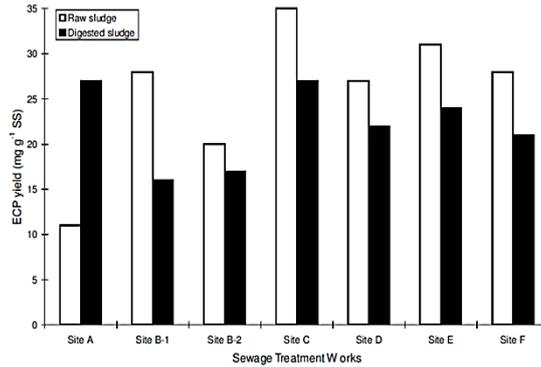


Figure 9 : impact de la digestion anaérobie sur le rendement des EPS, extrait de Houghton et al, 2000.

Cette dernière ne peut cependant pas être directement corrélée à l'augmentation du CST dans cette étude, car graphiquement parlant, la plus grosse diminution en EPS (site B-1) ne correspond pas à la plus forte augmentation du CST (site C), entre la boue digérée et non digérée.

Ils ont ensuite constaté une plus forte quantité de protéines présente dans les EPS extraits des boues digérées. La quantité de polysaccharides varie également mais en moindre mesure, avec des baisses allant de 4 à 28% pour les boues digérées par rapport aux boues primaires. Ainsi dans tous les cas, le ratio protéines/polysaccharides est plus élevé pour les boues digérées.

Houghton et al en déduisent donc que la digestion entraîne une forte production de protéines dans les EPS extraits, couplée à une diminution moindre des polysaccharides, et provoque également une baisse de la quantité totale d'EPS dans les boues digérées. Selon eux, un fort taux d'EPS est connu pour améliorer la floculation et permettre une meilleure structure de la boue, ce qui permettrait de réduire les fines particules et donc d'améliorer la déshydratation. Or, les EPS étant eux même hautement hydratés, ils contribueraient en même temps à la baisse de performance de déshydratation, en empêchant une partie de l'eau de s'évacuer.

Houghton et al ont alors construit une courbe reliant le taux d'EPS dans les boues fraîches et digérées avec le CST obtenu pour chaque boue, afin d'essayer de déterminer une relation permettant d'obtenir des doses optimales d'EPS pour chaque type de boue (figure 10).

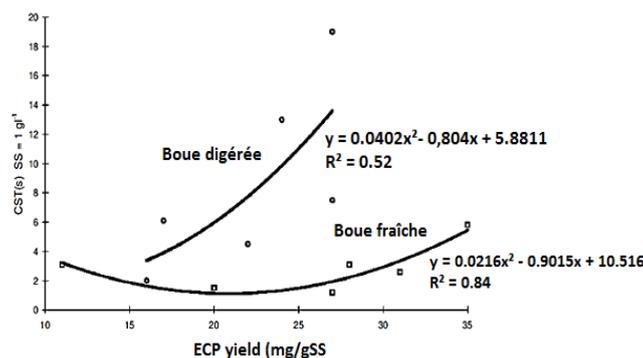


Figure 10 : relation entre le rendement d'EPS et le CST mesuré pour les boues digérées et non digérées, extrait de Houghton et al, 2000.

Ils ont ainsi trouvé une dose de 21 mg d'EPS/gMS pour les boues fraîches, et 10 mg d'EPS/gMS pour les boues digérées. Cependant, ces doses optimales restent hypothétiques, et devraient être étudiées beaucoup plus en détails, car les coefficients de corrélation pour les 2 courbes sont faibles, spécialement pour les boues digérées (figure 10).

➤ *Impact du TSH sur les EPS*

Ye et al (2014), ont étudié quant à eux l'impact du TSH dans le digesteur sur le CST et les EPS. Pour le CST, Ils ont constaté que celui-ci avait tendance à effectuer des variations durant les 30 premiers jours de digestion, puis à se stabiliser. Au final, il est passé d'une valeur initiale de 3.88 s\*L/gMS, à une valeur finale de 6.11 s\*L/gMS (figure 11).

La même augmentation est observée par Novak et al en 2004 (figure 12), bien qu'ils ne constatent pas de réelle stabilisation sur leurs 2 boues étudiées.

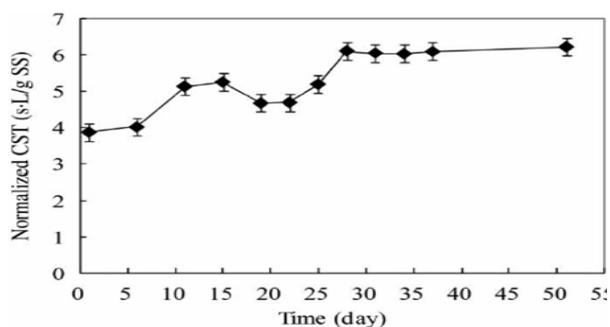


Figure 11 : évolution du CST normalisé en fonction du TSH, extrait de Ye et al, 2014.

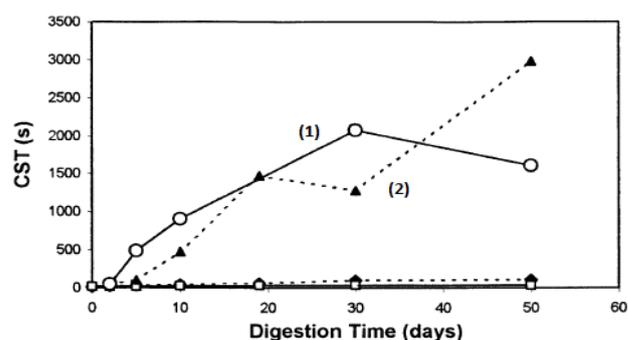


Figure 12 : évolution du CST brut en fonction du TSH, extrait de Novak et al, 2003.

Concernant les EPS, extraits par sonication, (figure 13), ils constatent que la partie soluble des EPS augmente significativement pendant les 20 premiers jours de la digestion, puis se stabilise. La quantité d'EPS liés, elle, diminue pendant les 10 premiers jours, puis augmente brusquement autour du 20<sup>ème</sup> jour pour se stabiliser ensuite. Ainsi, cela montre une solubilisation des EPS durant les 20 premiers jours de digestion. Cependant, ils n'ont pas trouvé d'explication quant à l'augmentation brusque de la partie liée à partir du 20<sup>ème</sup> jour. Ce résultat s'oppose de plus à l'étude d'Houghton et al, qui constatait une diminution de la teneur totale en EPS dans les boues digérées.

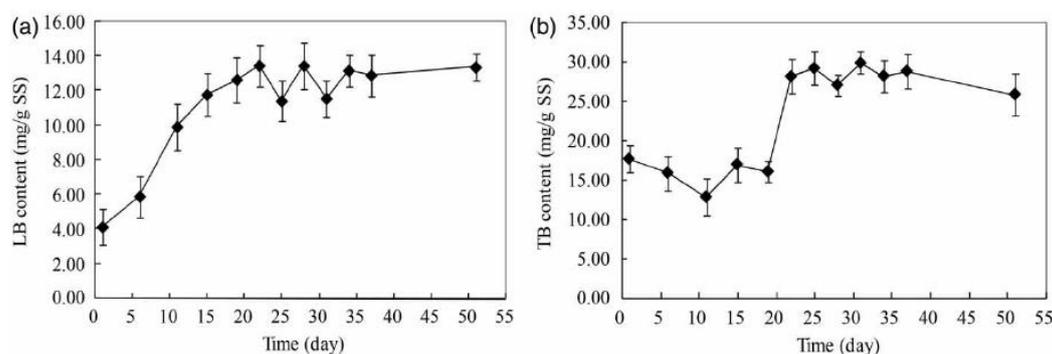


Figure 13 : évolution de la teneur en EPS dans la partie soluble (LB content) et insoluble (TB content) des boues, extrait de Ye et al, 2014.

Ye et al ont ensuite analysé l'évolution de la teneur en protéines et polysaccharides présents dans les EPS libres (partie soluble) et liés (partie insoluble) des boues (figure 14). Ils constatent ainsi que leurs concentrations sont beaucoup plus élevées dans la partie insoluble. Dans la partie soluble, un pic de valeurs est observé pour les deux autour du 10<sup>ème</sup> jour, puis une stabilisation. Dans la partie non soluble, le taux de polysaccharides diminue graduellement mais faiblement. La concentration en protéines est environ 500 fois plus élevée que celle en polysaccharides pour la partie soluble et non soluble, pendant les 15 premiers jours de digestion. Après ces 15 jours, la concentration en protéines

est devenue plus de 2000 fois plus importante que celle en polysaccharides dans la partie soluble. Ces résultats semblent donc suggérer que les protéines sont libérées beaucoup plus facilement que les polysaccharides, ou bien que ces derniers se décomposent beaucoup plus lentement dans la partie soluble.

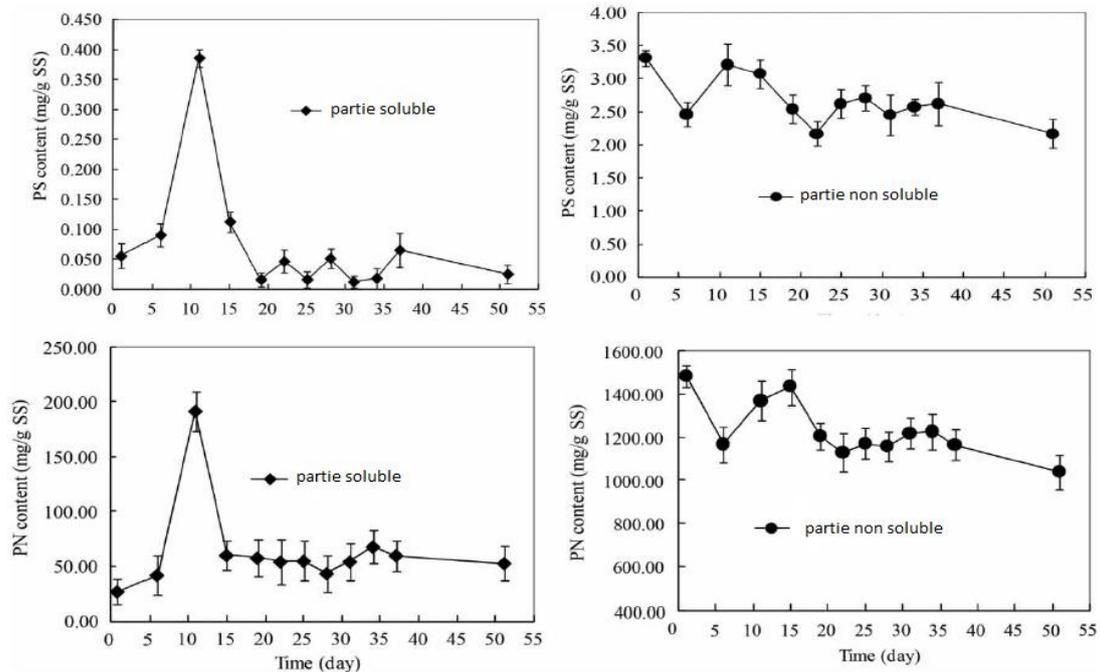


Figure 14 : évolution de la teneur en protéines (PN) et polysaccharides (PS) dans la partie soluble et insoluble des EPS, extrait de Ye et al, 2014.

Enfin, d'après ces 2 études, la quantité totale d'EPS diminue dans les boues digérées, en lien avec une quantité d'EPS liés qui diminuerait (si on ne prend pas en compte le résultat de Ye et al sur l'augmentation de la quantité d'EPS dans la partie insoluble) tandis que la partie soluble de ces EPS augmenterait mais plus faiblement. Au niveau de la teneur en protéines et polysaccharides, Les 2 études montrent un ratio PN/PS plus élevé pour les boues digérées, bien que pour Houghton et al, la quantité de protéines augmente tandis que pour Ye et al, elle augmente uniquement dans la partie soluble et ce faiblement (figure 14). Pour les polysaccharides, les concentrations diminuent pour les 2. Ces 2 études montrent ainsi clairement les problèmes d'interprétation que peuvent engendrer une analyse sur les EPS au cours de la digestion, problèmes qui peuvent en partie être liés aux méthodes différentes d'extraction des EPS employées. Les résultats obtenus au cours de cette présente étude pourront alors essayer d'être corrélés aux résultats fournis ci-dessus, pour essayer de mieux comprendre ces évolutions.

### 2.4.3 Impacts sur les retours en tête

Les retours en tête sont constitués d'eaux plus ou moins concentrées en substances polluantes dissoutes qui peuvent être issus des différents traitements que va subir la boue (épaississement, déshydratation). Dans le cadre de cette étude, seuls les retours en tête issus de la déshydratation des boues (appelés filtrat ou centrat) seront étudiés. Ces résidus vont alors être récupérés et recirculés en amont de la station, dans la filière eau, pour être de nouveau épurés.

Plusieurs études ont ainsi démontrées que les retours en tête pour des boues ayant subi une digestion anaérobie étaient beaucoup plus chargés en azote et en phosphore. D’après Solagro (2001), un tiers du phosphore serait relargué dans le surnageant, qui serait également plus chargé en azote ammoniacal. IRSTEA (2012), ont répertorié dans les tableaux ci-dessous, les impacts quantitatifs des retours en tête de certains procédés et systèmes de traitement des boues :

**Tableau 3 : impacts quantitatifs des retours en tête de certains procédés de traitements des boues, source IRSTEA 2012.**

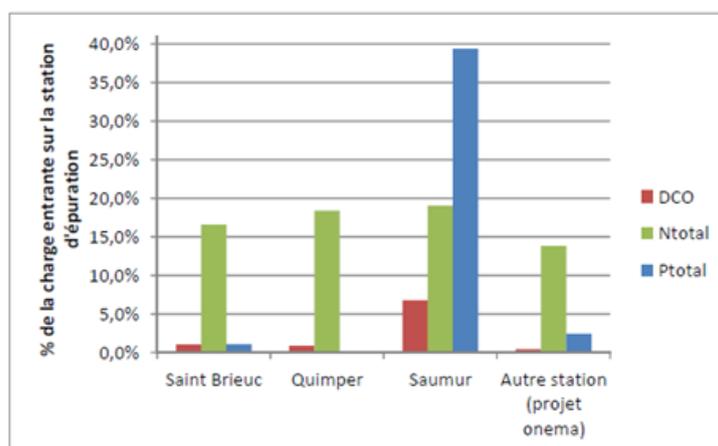
|                                          | EPAISSISSEMENT GRAVITAIRE | FILTRE A BANDES       | DIGESTION ANAEROBIE                 |
|------------------------------------------|---------------------------|-----------------------|-------------------------------------|
|                                          | (Sadowsky A.G., 2002)     | (Sadowsky A.G., 2002) | (Couturier C. <i>et al.</i> , 2001) |
| Débit (% débit EB)                       | nc                        | nc                    | 6 à 10%                             |
| DBO <sub>5</sub> (% DBO <sub>5</sub> EB) | 8 à 10%                   | 10%                   | 5 à 30%                             |
| MES (% MES EB)                           | 4 à 6%                    | 20%                   | 2 à 17%                             |
| NTK (% NTK EB)                           | 10%                       | 5%                    | 15 à 25%                            |
| N-NH <sub>4</sub> ([NTK] EB)             | 0,8                       | nc                    | nc                                  |
| Pt (% Pt EB)                             | 0                         | 2%                    | 1 à 10%                             |

**Tableau 4 : impacts quantitatifs des retours en tête pour 3 systèmes de traitement différents, source IRSTEA 2012.**

| (GRULOIS ET AL., 1993) | EPAISSISSEMENT SEPARÉ DIGESTION FILTRE PRESSE | EPAISSISSEMENT SEPARÉ DIGESTION FILTRE A BANDES | EPAISSISSEMENT MIXTE DIGESTION FILTRE A BANDES |
|------------------------|-----------------------------------------------|-------------------------------------------------|------------------------------------------------|
| Débit (%)              | 6                                             | 10                                              | 9                                              |
| DBO <sub>5</sub> (%)   | 5                                             | 17                                              | 30                                             |
| MES (%)                | 2                                             | 14                                              | 17                                             |
| NTK (%)                | 15                                            | 17                                              | 25                                             |
| Pt (%)                 | 1                                             | 4                                               | 10                                             |

Remarques : EB = Effluent Brut ; nc = Non Communiqué.

El Khatib et al (2013) ont calculé les charges représentées par les retours en tête en termes de DCO, azote total, et phosphore total, issus de la déshydratation de digestats provenant de quatre stations différentes (figure 15) :



**Figure 15 : Charges représentées par les retours en tête issus de la déshydratation du digestat sur les stations étudiées dans le cadre du projet et d’une station étudiée dans le cadre d’un projet financé par l’Onema.**

Ils ont constatés que la DCO et le Phosphore total (Ptotal) avaient un faible impact sur la charge entrante (<1%), sauf sur la station de Saumur qui présente la particularité d’effectuer un prétraitement thermique des boues. L’azote quant à lui représente en moyenne 17% de la charge entrante.

**Au regard des informations fournies ci-dessus, la digestion anaérobie aurait tendance à dégrader la qualité du filtrat issu de la déshydratation, notamment en termes de concentrations en azote et phosphore. Ceci contribuerait alors à une augmentation encore plus importante de la charge à traiter en entrée de station, en comparant à l’augmentation induite par des retours en**

**têtes issus de boues non digérées. La composition de ces retours en tête est donc un paramètre important à prendre en compte lors de la mise en place d'un digesteur.**

#### **2.4.4 Impact des facteurs d'optimisation de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues : exemple de la co-digestion**

La co-digestion fait partie des principales voies d'optimisation de la digestion anaérobie. De ce fait, de nombreux articles scientifiques s'intéressent à l'impact de l'ajout de différents co-substrats dans les boues, tel que la graisse, le fumier, ou encore les déchets verts... Cependant, parmi ces études, une majorité d'entre elles s'est intéressée au rendement de biogaz lors de la co-digestion, alors que très peu traitent de l'impact de l'ajout du co-substrat sur la déshydratabilité des boues digérées.

El Khatib et al (2013), ont étudié l'impact du mélange boues biologiques et graisses de station d'épuration. Ils ont effectué des analyses de siccité limite pour 3 taux de graisse différents (21, 30 et 42% de la DCO). D'après les résultats obtenus, ils en ont conclu que pour un taux de graisse inférieur à 30% de DCO en entrée de digesteur, la quasi-totalité de la fraction biodégradable des graisses est digérée. Ainsi, pour de tels taux de graisse, les ajouts de co-substrats n'ont pas d'impacts sur la siccité limite, et, au-delà, sur la déshydratation des boues. Par contre, pour un taux égal ou supérieur à 42% de la DCO, des résidus de graisse biodégradable non digérés sont présents dans le digestat. Ils s'absorbent alors sur les floccs de boues hydrophobes et réduisent ainsi l'accessibilité des sites chargés négativement pour le polymère cationique. De ce fait, pour un polymère de forte cationicité, ce phénomène n'impacte ni la floculation, ni la siccité limite et la déshydratabilité du digestat. En revanche, pour des polymères de cationicité plus faible, l'ajout de graisse va alors impacter négativement la déshydratabilité du digestat. En complément de cela, ils ont constaté que pour de faible taux de graisse, l'ajout de co-substrat avait plutôt tendance à améliorer la digestion, mais toutefois de manière relativement faible.

**En conclusion, avec des taux de graisse faibles (inférieur à 30% de la DCO), l'ajout de co-substrat n'impacte pas la déshydratation, voir aurait tendance à l'améliorer. Au contraire, pour des taux plus élevés, le co-substrat a un impact négatif, qu'il est cependant possible de compenser par l'utilisation d'un polymère à forte cationicité.**

### 3 Conclusion

Au final une synthèse succincte des informations collectées par l'état de l'art peut être mise en évidence :

Les principales propriétés des boues qui impactent leur déshydratabilité sont :

- Les états de l'eau,
- La quantité et la composition des EPS,
- Les ions présents dans le milieu,
- Le pH,
- L'hydrophobicité.

Les principaux impacts de la digestion sont :

- Réduction de la teneur en MV des boues,
- Réduction des volumes de boue à déshydrater,
- Impact sur le volume de conditionnement nécessaire,
- Impact sur les retours en tête de station,
- Impact sur plusieurs propriétés des boues influant leur déshydratabilité (notamment sur les EPS).

Cette étude bibliographique a cependant également mis en lumière le manque d'informations au regard du processus de digestion anaérobie et de ses impacts sur les propriétés des boues et leur déshydratabilité. Beaucoup d'études montrent des avis contradictoires sur l'impact bénéfique ou non de la digestion sur cette déshydratabilité, notamment en termes d'EPS, et de consommation en agents de conditionnement. D'autre part, aucune étude établie dans des conditions représentatives des conditions industrielles n'a pu être trouvée. Par exemple, la plupart des études ne prennent pas en compte l'étape de floculation qui peut pourtant influencer l'efficacité de la déshydratation. De même, aucune étude se basant sur des essais de déshydratation en conditions industrielles n'a pu être identifiée. D'autre part, peu d'études prennent en compte l'impact des paramètres de fonctionnement et de dimensionnement sur la déshydratabilité des boues, notamment l'impact du TSH, du type de boue, du ratio BP/BS et des co-substrats. La méthodologie appliquée à ce présent rapport va donc essayer de compléter en partie ces informations manquantes. Cette dernière reposera sur deux approches complémentaires :

- Une évaluation de l'impact de la digestion anaérobie industrielle sur la déshydratabilité des boues reposant sur des prélèvements de boues avant et après digestion sur les stations.
- Une évaluation de l'impact des paramètres de fonctionnement et de dimensionnement du digesteur sur la déshydratabilité des boues basée sur des essais de digestion mis en œuvre sur des pilotes de laboratoire en batch. Les paramètres dont l'impact sera étudié sont : le TSH, le ratio boue primaire/boue secondaire et les ajouts de co-substrats.

## 4 Matériels et méthodes.

### 4.1 Sites de prélèvements

Différents tests seront à la fois effectués sur des boues de STEP en entrée et en sortie de digesteur, et sur des boues digérées issus de nos propres tests de digestion en laboratoire. Les boues de terrain testées proviennent de 3 STEP différentes, dont les caractéristiques sont reprises dans le tableau ci-dessous (cf aussi annexe 2) :

Tableau 5 : caractéristiques des 3 stations de prélèvements des boues.

| Lieu de la station                                  | La Feyssine,<br>Lyon  | Furania,<br>St-etienne | Bourg en Bresse                      |
|-----------------------------------------------------|-----------------------|------------------------|--------------------------------------|
| Gérant                                              | Lyonnaise des<br>eaux | La Saur                | Régie municipale<br>d'assainissement |
| Nombre d'équivalents habitants                      | 300 000               | 282 000                | 120 000                              |
| Type de boues dans le digesteur                     | mixte                 | primaire               | secondaire                           |
| Débit d'entrée (m <sup>3</sup> /h)                  | 4080                  | 3700                   | 3500                                 |
| Charge réelle DCO (kg/j)                            | 16 100                | 29 474                 | 10 588                               |
| Charge réelle DBO (kg/j)                            | 7200                  | 11 012                 | 3846                                 |
| Charge réelle N total (kg/j)                        | 1000                  | 2027                   | 1066                                 |
| Charge réelle P total (kg/j)                        | 207                   | 213                    | 123                                  |
| volume de boue à déshydrater<br>(m <sup>3</sup> /j) | 124                   | 154.8                  | 106.5                                |
| Temps de séjour digesteur (j)                       | 25-30                 | 50-60                  | 23                                   |
| Température digesteur (°C)                          | 37.5                  | 38-39                  | 30                                   |
| Ratio (en MS)                                       | 46% BP, 54%BS         | -                      | -                                    |
| pH moyen digesteur                                  | 7,6                   | 7,4 – 7,5              | 7                                    |
| procédé de déshydratation                           | centrifugeuse         | centrifugeuse          | centrifugeuse                        |
| siccité finale des boues (%)                        | 24                    | 23-24                  | 19                                   |

### 4.2 Méthodes analytiques de caractérisation physico-chimique des boues

#### 4.2.1 Mesure des MS, MV, MM, et du taux d'abattement des MV

##### ➤ Mesure des MS

Afin d'effectuer des analyses sur la boue, il est nécessaire de connaître sa concentration en matière sèche. Pour l'évaluer, il faut mesurer le résidu sec obtenu après le passage d'un échantillon de boue au dessiccateur à 105 °C pendant 48h. La siccité est alors calculée avec la formule suivante :

$$\text{siccité (\%)} = \frac{M_{\text{boues après}} (g)}{M_{\text{boues avant}} (g)} * 100 \quad (4.2.1)$$

➤ *Mesure des MV et MM*

Pour obtenir la quantité de MM et de MV, le résidu sec est ensuite calciné au four à 550°C pendant 5h. Les MM constituent alors ce qu'il reste de l'échantillon, tandis que les MV sont les matières ayant été éliminées :

$M_{MM}$  (g) = Masse finale de l'échantillon de boues

$$M_{MV} \text{ (g)} = M_{MS} - M_{MM} \quad (4.2.2)$$

$M_{MS}$  = masse du résidu sec

Le pourcentage de MV par rapport au MS est alors égal à :

$$\text{taux de MV (\%/MS)} = \frac{M_{MV}}{M_{MS}} * 100 \quad (4.2.3)$$

➤ *Taux d'abattement des MV*

Lorsqu'une boue a été digérée, un taux d'abattement des MV (ou taux de dégradation) peut être calculé à partir des mesures de MV effectuées sur la boue fraîche et sur la boue digérée. La formule utilisée est la suivante :

$$\text{Taux d'abattement des MV (\%)} = \frac{MV_{\text{boue fraîche}} \text{ (g/l)} - MV_{\text{boue digérée}} \text{ (g/l)}}{MV_{\text{boue fraîche}} \text{ (g/l)}} \quad (4.2.4)$$

#### 4.2.2 Mesures chimiques et mesure du CST sur les boues.

➤ *Mesure de l'azote total Kjeldahl, de l'azote ammoniacal, du phosphore total et des orthophosphates.*

Pour chaque échantillon de boue prélevée, et pour les filtrats issus de la déshydratation en cellule de filtration tangentielle, une mesure en triplicats est réalisée pour les paramètres suivants :

- NTK (azote Total Kjeldahl) : représente la somme de l'azote ammoniacal et de l'azote organique. L'azote sous forme oxydée (nitrates et nitrites) n'est pas mesuré dans cette analyse.
- N-NH<sub>4</sub> (azote ammoniacal ou ion ammonium ou encore azote minéral) : représente l'azote sous forme ammoniacale.
- Pt (Phosphore Total) : représente le phosphore présent sous forme organique et inorganique.
- P-PO<sub>4</sub> (Phosphore des orthophosphates) : représente le phosphore présent dans les orthophosphates.

Des kits d'analyses ont été utilisés pour les mesures selon les normes ISO 6878:2004 pour le phosphore et les orthophosphates, ISO 5663:1984 et ISO 5664:1984 pour le NTK et l'ammonium.

*Remarque : des mesures d'hydrophobicité et de charges de surface négatives ont également été effectuées sur les prélèvements de boues selon les protocoles définis dans la thèse de Raynaud (2010). Cependant les travaux de mise au point ont montré une inadaptation de ces méthodes de mesures au substrat "boue" Les résultats de ces analyses ne seront donc pas présentés dans ce rapport.*

➤ *Mesure du CST sur les prélèvements de boues*

Des mesures de CST sont effectuées sur les prélèvements de boues. Pour cela, un appareil de mesure munit de 2 électrodes est utilisé. 5ml de boue sont introduites au centre. Les électrodes sont en contact avec un papier filtre. Le chronomètre se déclenche lorsque l'eau évacuée des boues et qui se diffuse sur le papier filtre a atteint la première électrode, puis s'arrête quand l'eau atteint la 2<sup>ème</sup> électrode. Le test est effectué au maximum 5 fois pour un même échantillon de boues (test de répétabilité). Le coefficient de variation Cv est alors calculé pour l'ensemble des valeurs :

$$Cv (\%) = \frac{\text{ecart type}}{\text{moyenne}} * 100 \quad (4.2.5)$$

Si Cv < 5 % au bout de 3 tests, on peut arrêter les mesures.

Si Cv < 10 % au bout des 5 tests, les valeurs sont gardées

Si Cv > 10% au bout des 5 tests, il faut alors éliminer la valeur la plus éloignée de la moyenne.

Les valeurs de CST obtenus en secondes sont ensuite normalisées (divisées par la MS des boue en g/l).

### 4.3 Mesures électriques

Des mesures d'impédances électriques ont été réalisées puis analysées sur l'ensemble des échantillons, par Emilie Dieudé-Fauvel, ingénieur recherche à IRSTEA. Ces mesures ont permis de calculé une valeur de résistivité  $\rho$  à une fréquence donnée, et d'en déduire une valeur de conductivité globale  $\sigma$  de l'échantillon, avec les formules suivantes :

$$R = \rho * C \text{ et } \sigma = \frac{1}{\rho} \quad (4.2.6)$$

Avec :

R = résistance en  $\Omega$  : correspond au point d'intersection de la courbe d'impédance avec l'axe des abscisses.

C = constante de cellule =  $0.475 \text{ cm}^{-1}$

La conductivité a alors permis d'établir des liens avec certains de nos résultats, notamment pour le conditionnement et les essais de déshydratation.

### 4.4 Conditionnement des boues

Avant d'être déshydratées, les boues ont été floculées à l'aide d'un conditionnement organique composé de chlorure ferrique ( $\text{FeCl}_3$ ) qui permettra de capter les fines particules, puis d'un polymère cationique permettant la floculation. Les doses optimales de  $\text{FeCl}_3$  et de polymère sont dépendantes des propriétés des boues conditionnées et du procédé de déshydratation considéré. Les tests présentés ci-dessous ont donc été effectués pour chaque type de boues analysé afin de déterminer les doses optimales de  $\text{FeCl}_3$  et de polymère à ajouter à la boue.

#### 4.4.1 Dose optimale de chlorure ferrique par test de CST

Pour déterminer la dose optimale de chlorure ferrique à ajouter, le protocole suivant a été respecté pour chacun des échantillons testés, selon la méthode définie par Zhen et al (2012) :

- Préparer plusieurs échantillons de boues de même quantité.
- Ajouter différentes doses de  $\text{FeCl}_3$  (%MS) pour chacun des échantillons en fonction du volume de boues préparée et de sa concentration en matière sèche.
- Juste après l'ajout du chlorure ferrique, mélanger au jar test pendant 30s à vitesse maximale (200 tr/min), puis 4min 30s à vitesse lente (10 tr/min).
- Mesurer alors le temps de succion capillaire (CST) pour chaque dose de  $\text{FeCl}_3$  ajoutée, à l'aide de la méthode évoquée dans le paragraphe précédent.
- Enfin, tracer la courbe des CST moyens obtenus en fonction des doses de  $\text{FeCl}_3$  ajoutées. Une rupture de pente doit alors apparaître. La dose optimale correspond à l'abscisse du point où cette rupture apparaît.

#### 4.4.2 Dose optimale de polymère par test d'égouttage

Il existe de nombreux types de polymère pouvant être utilisé pour conditionner les boues. Le but ici est de trouver le mieux adapté, celui qui permettra la meilleure floculation, et donc une déshydratation optimale. Les polymères utilisés varient en fonction de leur degré de cationicité, et de leur taux de ramification. Ils peuvent donc être linéaires (type CT), ramifiés (type LOB et MEB), voir réticulés. Plus un polymère aura une cationicité importante, et plus il sera apte à capter les particules de boue.

Pour déterminer la dose optimale de polymère à ajouter, le protocole suivant a été respecté, d'après la méthode d'Olivier et al (2004 et 2012) :

- Préparer la solution diluée à 1gMA/l de polymère à partir de la solution commerciale à 50%.
- Une fois les échantillons de boue préparés et la dose optimale de  $\text{FeCl}_3$  ajoutée, introduire cette fois-ci différentes doses de solution polymère (en gMA/kgMS) à chaque échantillon, puis effectuer des transvasements d'un béccher à un autre pour permettre la floculation. La boue peut alors être filtrée à l'aide d'un tamis (mailles de diamètre 630nm), puis le volume de filtrat récupéré doit être relevé après un temps supposé suffisamment long pour que le volume soit à peu près stabilisé, soit ici 150s.
- Tracer ensuite la courbe des masses de filtrats recueillis à 150s moins la masse de solution polymère, en fonction de la dose de polymère ajoutée. La courbe obtenue doit avoir la forme d'une parabole présentant un maximum. En effet, à partir d'une certaine dose, le polymère est introduit en excès dans la solution. La suspension de boue va alors devenir plus visqueuse, provoquant un ralentissement de la filtration, et donc moins de filtrat recueilli pour un temps donné. L'abscisse du maximum correspond donc à la dose optimale requise.

Afin de pouvoir comparer la floculation selon des polymères aux caractéristiques différentes, plusieurs d'entre eux vont être testés pour chaque boue (440meb, 840meb, 840lob, 640hib). Ils sont

ainsi choisit selon leur degré de cationicité (allant du degré le plus faible (440), au plus élevé (840)) et leur ramification (lob = linéaire, meb = moyennement ramifié, hib = fortement ramifié). Cette gamme de polymère a alors permis de constater que certains étaient plus ou moins bien adaptés aux différentes boues analysées (), et donc de faire un choix en conséquence. Le polymère retenu pour la floculation est toujours celui permettant de récupérer la quantité maximale de filtrat.

## 4.5 Tests de déshydratation

Différents tests de déshydratation ont été effectués sur les boues, afin d'avoir un maximum d'informations sur ce point, et pour pouvoir également comparer entre eux les résultats obtenus selon les différents essais.

### 4.5.1 En Cellule de Filtration Tangentielle (CFT)

Les tests de déshydratation en CFT vont permettre de reproduire en laboratoire le comportement d'une boue dans un filtre presse industriel. Ces essais en laboratoire seront ainsi plus pratiques et plus facilement réalisables que l'utilisation d'un filtre presse classique.

#### 4.5.1.1 Description du prototype utilisé (cf aussi schéma annexe 3)

La CFT du laboratoire (figure 16) est constituée de 2 éléments principaux :



Figure 16 : photo du prototype de la CFT du laboratoire.

- Un réservoir de boue de 2.5L **(1)**, fixé sur une balance numérique **(2)**.
- Une cellule de filtration cylindrique de 9 cm de diamètre et 3.5 cm de hauteur, soit un volume de 0.223L **(4)**.

Ces 2 éléments sont reliés entre eux par un tuyau de 1.5 cm de diamètre intérieur **(3)**. Un tuyau de purge est aussi installé **(8)**, afin de vider le tuyau d'alimentation en fin de manipulation mais aussi à chaque rechargement. Une brève ouverture de la vanne permet également de remplir le tuyau d'alimentation en début de manipulation, évitant ainsi le phénomène de coup de bélier lors de la remise en pression du réservoir.

La cellule est percée sur ses 2 faces latérales par 5 trous de 4mm de diamètre reliés entre eux par 7 sillons. Deux toiles de filtration en polyamide sont posées à l'intérieur de ces faces, afin de permettre la filtration. Le filtrat extrait va alors s'écouler via un entonnoir dans un réceptacle en plastique **(5)** posé sur une balance numérique **(7)**. La pression dans le réservoir est assuré par

l'injection d'azote comprimé (6), qui va pousser la boue jusqu'à la cellule de filtration, et permettra de maintenir la pression voulue en entrée de la cellule

#### 4.5.1.2 Processus de déshydratation

Au cours de la déshydratation, la boue va tout d'abord subir une première phase de filtration, puis le gâteau de boue obtenu va subir une 2<sup>ème</sup> phase de compactage. La boue arrive de façon tangentielle à la surface de drainage, afin de reproduire les conditions de fonctionnement d'un filtre presse industriel. Le mode opératoire pour les deux phases est le suivant :

- **Phase 1 : la filtration**

Le réservoir de 2.5kg est rempli par de la boue préalablement conditionnée à l'aide des protocoles cités plus haut.

Un programme de régulation informatique implémenté sous Labview va alors permettre d'imposer un profil de pression pour la boue. L'évolution en fonction du temps de la pression, du débit d'entrée, et de la masse de filtrat récupéré seront alors affichés sur l'écran.

Le profil de pression imposé lors de la phase de filtration correspond à un cycle utilisé industriellement :

- Rampe de montée en pression de 0 à 8 bars en 1800s
- Maintien de la pression à 8 bars pendant 1000s.

Le réservoir doit être rechargé régulièrement (ici lorsque la masse de filtrat atteint 1200g environ).

- **Phase 2 : le compactage**

Une fois la phase de filtration terminée, une des faces latérales de la cellule est remplacée par une membrane en caoutchouc déformable (figure 17). Ce dispositif de compression est ensuite relié à la bouteille de gaz. Celui-ci est alors injecté perpendiculairement à la surface de la membrane afin de réaliser une compression unidirectionnelle du gâteau de boue obtenu en phase 1. La pression appliquée est alors constante et égale à 15 bars pendant 1800s.

Une fois le compactage terminé, la siccité du gâteau de boue obtenu est déterminée comme décrit dans le paragraphe IV.2.1.



Figure 17 : Membrane en caoutchouc utilisée lors de la phase de compactage du gâteau de boue.

Ce protocole permet de bien reproduire les processus en jeu au cours de la déshydratation dans un filtre presse industriel (processus de filtration continue, filtration tangentielle + phase de compactage). Cependant, les siccités obtenues en CFT sont en général plus faibles de quelques points

par rapport à celles obtenues en filtres presses industriels. En effet, la déshydratation en CFT est sujette à de la filtration parasite, avec du filtrat qui traverse en permanence le gâteau sans pour autant le densifier (d'où la nécessité de recharger le réservoir plusieurs fois). Ce filtrat diminue donc la siccité du gâteau. Cette filtration parasite est peut être liée au rapport diamètre du tuyau d'injection/surface de toile filtrante.

#### 4.5.2 En centrifugeuse

L'échantillon de boue est centrifugé à 3000 tr/min pendant 10 minutes. La boue est récupérée puis analysée pour déterminer le taux de MS. Les tests sont réalisés sur la boue conditionnée.

#### 4.5.3 En cellule de filtration compression (CFC)

La déshydratation en CFC permet de déterminer la valeur de siccité limite d'une boue. Cette valeur correspond à une teneur minimale en eau résiduelle dans le gâteau de filtration. En règle générale, elle n'est jamais atteinte au niveau industriel car les temps de fonctionnement nécessaires sont trop importants. Elle donne cependant une bonne information sur la déshydratabilité d'une boue, et peut servir d'indicateur.

Ce test a donc été réalisé sur les différents échantillons de boues. Cependant, des problèmes de colmatage rapide de la boue sont apparus lors des essais, et ont été confirmés par les courbes de cinétiques fournies en annexe 4. Ce phénomène est également présent en CFT, mais il est moins marqué car la boue arrive de manière tangentielle à la cellule de filtration tandis que la filtration s'effectue de manière frontale en CFC.

### 4.6 Evaluation des retours en têtes liés au processus de digestion

Avec les données fournies par chaque station étudiées, et, en supposant que l'ammonium et les orthophosphates représentent à eux seuls la presque totalité de l'azote et du phosphore présents dans le filtrat issus de la déshydratation en cellule de filtration tangentielle, seules leurs concentrations (C) mesurées ont été prises en compte dans le calcul des charges journalières représentées par les retours en tête. La formule utilisée est alors la suivante :

$$charge (kg/j) = \frac{C (g/m^3) * V_{retour\ en\ tête} (m^3)}{1000} \quad (4.5.1)$$

Avec :

$$V_{retour\ en\ tête} (m^3) = V_{boue\ à\ déshydrater} (m^3) + V_{polymère} (m^3) + V_{FeCl_3} (m^3) - V_{boue\ déshydratée} (m^3)$$

$$V_{boue\ déshydratée} = V_{boue\ produite} * MS_{boues} / s$$

s = siccité du gâteau de boue issu de la déshydratation en CFT.

Le pourcentage que représente cette charge par rapport à la charge en entrée de la station peut alors être calculé :

$$\% = \frac{charge_{retour\ en\ tête} (kg/j)}{charge_{entrée\ de\ la\ station} (kg/j)} * 100 \quad (4.5.2)$$

## 4.7 Réalisation des tests de digestion en laboratoire

En complément des analyses réalisées sur des boues de terrain avant-après digestion, des tests de digestion ont aussi été réalisés en laboratoire. Ces tests auront 3 objectifs :

- Evaluer l'impact du TSH dans le digesteur,
- Evaluer l'impact du ratio boues primaires/boues secondaires,
- Evaluer l'impact de l'ajout de co-substrat (déchets verts, graisse et déchets de cantine).

### 4.7.1 Fabrication des digesteurs batch

13 dispositifs de digestion ont été fabriqués en laboratoire. Pour cela, un bidon d'une capacité de 15l représente le méthaniseur, et est de type réacteur batch (fermé). 2 trous sont percés au niveau du couvercle afin d'y faire passer 2 tuyaux à air de 6mm de diamètre intérieur. Des traversées de cloisons sont installées au niveau des trous pour y insérer les tuyaux. L'étanchéité est assurée à l'aide d'un joint autour de chaque percée. Le couvercle est également muni d'un joint étanche empêchant l'air de passer. Des robinets sont installés sur les tuyaux afin de permettre une régulation. Le premier tuyau permettra ainsi un dégazage à l'azote afin d'éliminer l'oxygène du bidon. Le 2<sup>ème</sup> tuyau permettra l'évacuation du biogaz vers un compteur à augets (figure 19). Celui-ci permettra ainsi d'évaluer la production de gaz total : ce dernier va venir remplir l'auget, entraînant son basculement à partir d'une certaine quantité. Le compteur mesure ainsi le nombre de basculements effectués. Il doit donc au préalable être rempli d'eau acidifiée, ce qui empêche la solubilisation du biogaz produit, et étalonné afin de déterminer la quantité de gaz provoquant le basculement. Cet étalonnage est réalisé en injectant dans le compteur une quantité d'air à l'aide d'une seringue. La quantité d'air permettant le basculement est alors mesurée en ml. Les 2 augets du compteur doivent être étalonnés afin de déterminer s'il y a une différence. Une erreur de mesure pourra alors être calculée (voir étalonnage annexe 10).

Les litres de gaz produit sont ensuite convertis en litres de normaux gaz à l'aide de la formule suivante :

$$V(\text{Normaux litre}) = V(L) * \frac{P_{\text{absolue}}}{P_{\text{atmosphérique}}} * \frac{T_{\text{normale}}}{T+T_{\text{normale}}} \quad (4.5.3)$$

Avec :

V = volume mesuré au compteur (L)

Patmosphérique = 1.01325 bar

Pabsolue = pression manométrique + pression atmosphérique ≈ 1.01325 bar

T normale = 273.15K

T = température du gaz au compteur (K).

*Remarque : les compteurs sont placés dans un hangar où la température est considérée comme très proche de la température extérieure. Des relevés météorologiques ont donc été utilisés pour évaluer la température du gaz.*



Figure 18 : bidon-méthaniseur réalisé en laboratoire pour les essais de digestion.

#### 4.7.2 Mise en place des essais de digestion.

10L de boue sont introduites dans chaque réacteur. L'inoculum et la boue fraîche entrante sont toujours choisis sur le même site de prélèvement. Le mélange s'effectue avec un pourcentage compris entre 20 et 25% de boues digérées, afin de permettre le démarrage de la digestion. 5l d'air reste donc à évacuer. Par marge de sécurité, Le dégazage à l'azote doit comprendre 3 fois le volume d'air à évacuer, soit 15l. Ainsi, 3 balayages à 3L/min sont réalisés pendant 5 min. Les digesteurs sont ensuite placés dans une étuve chauffée avec une température moyenne de 39,6 °C, située dans un hangar, les tuyaux à air étant reliés aux compteurs placés à côté de l'étuve (cf figure). La régulation de la température dans l'étuve s'effectue grâce à une carte d'acquisition, qui va mesurer les valeurs à l'aide de capteurs placés à l'intérieur, pour ensuite contrôler les résistances par commande de démarrage/arrêt en fonction de la température mesurée. Un capteur de température est également placé dans un bidon rempli d'eau dans l'étuve afin d'également évaluer approximativement la température dans les digesteurs. Pour contrôler le bon déroulement de ce système, la température peut être affichée sur un programme informatique sur ordinateur. La température moyenne dans les digesteurs est évaluée à 37 °C.

Une fois passé dans le compteur, le gaz s'échappe ensuite à l'extérieur. Chaque jour, le nombre de basculement est relevé, et le réacteur est légèrement secoué manuellement afin d'homogénéiser de nouveau le mélange, et d'éviter la formation d'une croûte sur le dessus. La durée de la digestion va alors dépendre des différentes expériences réalisées.



Figure 19 : photos des compteurs, de l'étuve et de l'intérieur où sont placés les bidons-méthaniseurs.

### 4.7.3 Validation du dispositif pilote

Avant le début des essais, un test a été réalisé afin de vérifier l'étanchéité du méthaniseur. Pour cela, il est plongé dans de l'eau, et de l'air est injecté à l'intérieur, afin de vérifier d'éventuelles fuites de gaz. Un premier test de digestion a ensuite été réalisé afin de vérifier le fonctionnement global du dispositif, ainsi que les aspects pratiques de la manipulation. Pour cela, un mélange de boues fraîches mixtes et de boues digérées provenant de la STEP de Lyon a été effectué.

## 4.8 Evaluation de l'impact du TSH

Afin d'obtenir des résultats exploitables, les tests ont été effectués sur 3 boues d'origines différentes, comprenant 2 boues mixtes et une boue secondaire. La première boue mixte correspond à la boue prélevée à Lyon. La 2<sup>ème</sup> boue mixte correspond à un mélange de boue primaire et secondaire provenant de la STEP de St-Etienne (sachant que la station, elle, n'introduit que des boues primaires dans son digesteur). Les échantillons seront prélevés et testés pour différents TSH. Les temps analysés sont :

- Pour Lyon : 5<sup>ème</sup>, 10<sup>ème</sup>, 20<sup>ème</sup>, 30<sup>ème</sup>, et 50<sup>ème</sup> jour.
- Pour St-Etienne : 5<sup>ème</sup>, 10<sup>ème</sup>, 20<sup>ème</sup>, 30<sup>ème</sup>, et 55<sup>ème</sup> jour.
- Pour Bourg en Bresse : 10<sup>ème</sup>, 27<sup>ème</sup> et 40<sup>ème</sup> jour.

Le choix de ces TSH permet ainsi de couvrir la totalité de la durée possible et envisageable d'une digestion.

Au final pour les essais, 9 réacteurs ont été utilisés pour Lyon, 5 pour St-Etienne, et 3 pour Bourg en Bresse. Les bidons sont ensuite sortis un par un de l'étuve selon le TSH à analyser. Le dernier réacteur dans l'étuve est donc resté 50 jours pour Lyon, 55 jours pour St-Etienne, et 40 jours pour Bourg en Bresse. Les mesures alors réalisées sur les boues de chaque réacteur sont celles détaillées dans les parties IV.2, IV.3, et IV.4.

Pour Lyon et Bourg en Bresse, 20% d'inoculum sont introduits dans les réacteurs, soit 2L, avec un ratio substrat/inoculum (S/I) environ égal à 27%MV pour Lyon et 26%MV pour Bourg en Bresse. Pour St-Etienne, 25% sont introduits, soit 2.5L, pour un ratio S/I de 45%MV.

## 4.9 Evaluation de l'impact du ratio BP/BS dans le digesteur

Les volumes de BP et BS sont déterminés en fonction du pourcentage de MS voulu pour chaque boue. 3 ratios différents vont être étudiés :

- Ratio 1 (R1) = 46%MS en BP et 54%MS BS issues de St-Etienne (ratio aussi observé pour Lyon),
- Ratio 2 (R2) = 70%MS BP et 30%MS BS issues de St-Etienne,
- Ratio 3 (R3) = 30%MS BP et 70%MS BS issues de St-Etienne

Ces ratios ont ainsi été choisis suffisamment différents pour pouvoir observer des variations (R1 et R3) sur les résultats.

#### 4.10 Evaluation de l'ajout de co-substrat dans les boues du digesteur.

3 co-substrats vont être ajoutés aux boues fraîches dans 3 réacteurs différents afin d'évaluer leurs influences. Un réacteur témoin est également mis en place. Les co-substrats utilisés sont des déchets de cantine, de la tonte de pelouse, et de la graisse provenant de la STEP de St-Etienne. Ces choix de co-substrats ne sont pas anodins, et présentent des intérêts certains. En effet, les déchets de cantine vont bientôt devoir être gérés en grosse quantité par les collectivités du fait de la réglementation, tandis que les tontes de pelouse sont déjà gérées par elles, et la graisse est un co-substrat déjà tout trouvé pour les stations puisqu'elles doivent déjà s'en occuper dans l'effluent à traiter. Ces co-substrats présentent les caractéristiques suivantes :

Tableau 6 : caractéristiques des co-substrats ajoutés

| Co-substrat                        | Déchets de cantine | Tonte de pelouse | Graisse |
|------------------------------------|--------------------|------------------|---------|
| <b>MS (g/l)</b>                    | 224,7              | 270,1            | 35      |
| <b>MO (g/l)</b>                    | 215,3              | 217,3            | 31,5    |
| <b>biodégradabilité des MV (%)</b> | 95                 | 50               | 80      |

La boue fraîche utilisée est une boue mixte provenant de la STEP de St-Etienne, avec un ratio de 46%MS de BP et 54%MS de BS. Le volume total boue fraîche plus co-substrat est gardé constant et égal à 7.5l pour chaque réacteur. Le ratio de co-substrat est constant et égal à 25% de la MV introduite. Les différentes quantités ajoutées sont présentées dans le tableau ci-dessous :

Tableau 7 : différentes quantités introduites dans les réacteurs batch

|                                                         | Déchets de cantine | Tonte de pelouse | Graisse |
|---------------------------------------------------------|--------------------|------------------|---------|
| <b>Masse totale voulue (kg)</b>                         | 7,5                | 7,5              | 7,5     |
| <b>Masse de cosubstrat (kg)</b>                         | 0,454              | 0,45             | 2,29    |
| <b>Masse de boue fraîche (kg)</b>                       | 7,046              | 7,05             | 5,21    |
| <b>Masse d'inoculum (l) (kg)</b>                        | 2,5                | 2,5              | 2,5     |
| <b>Masse de boue totale dans le réacteur batch (kg)</b> | 10                 | 10               | 10      |
| <b>MS estimée digestat (g/l)</b>                        | 26,3               | 32,60            | 22,97   |
| <b>Ratio S/l (%MV)</b>                                  | 7,9                | 7,9              | 5,85    |

Les graisses fournies par St-Etienne ont posé problème lors de la mesure de leur concentration en MS. En effet, sur la station, les graisses sont fortement diluées car leur évacuation s'effectue en injectant de l'eau qui les emmène jusqu'à un réservoir de stockage. Au laboratoire, une forte quantité de particules graisseuses qui flottait à la surface du liquide (cf figure ci-dessous) s'est ainsi retrouvée dans l'échantillon prélevé pour l'analyse, ce qui a donc entraîné une forte surestimation de la teneur en MS par rapport à la valeur réelle. Les graisses diluées ont donc en réalité une concentration de 9g/l, mais c'est la valeur de 35 g/l qui a été prise en compte lors des calculs précédents.



Figure 20 : graisse fournie par la STEP de St-Etienne.

*Remarque : Pour le conditionnement sur l'ensemble de ces essais, les tests d'égouttage sur les digestats sont réalisés pour un seul polymère, afin d'économiser la boue. Pour le déterminer, le choix a été fait d'utiliser le même polymère que celui retenu lors des tests d'égouttage sur la boue digérée prélevée sur la station.*

## 5 Résultats et discussion

### 5.1 Impact de la digestion anaérobie industrielle sur les performances de déshydratation des boues

Pour rappel, les analyses ont été réalisées sur des boues issues de 3 STEP différentes, avant et après digestion anaérobie industrielle. Les types de boues analysées avant digestion sont : une boue mixte (Lyon), une boue primaire (St-Etienne) et une boue secondaire (Bourg en Bresse). Cette partie va permettre dans un premiers temps de comparer les paramètres globaux, à savoir les concentrations en MS et MV, le taux d'abattement de la MV, le pH et la production de gaz, puis de s'intéresser aux analyses chimiques et mesures de CST, au conditionnement, et enfin au tests de déshydratation. Une dernière partie dite discussion opérationnelle parlera des retours en tête de station et permettra de faire le point sur les consommations en polymère et  $\text{FeCl}_3$ , en se plaçant dans la situation d'une STEP pratiquant une déshydratation en filtre presse.

Remarques :

- les boues analysées prélevées sur les stations avant et après digestion anaérobie seront nommées respectivement Bf et Bd.
- dans tout le rapport, la densité des boues est considérée égale à 1. (1L de boue pèse 1kg).
- les erreurs calculées sur les valeurs correspondent à des erreurs analytiques.

#### 5.1.1 Impacts de la digestion sur les caractéristiques globales de la boue.

##### ➤ MS, MV, et taux d'abattement des MV

Les concentrations en MS, MV et les taux d'abattement des MV pour les 3 types de boues fraîches et les digestats correspondants sont présentés dans les figures ci-dessous :

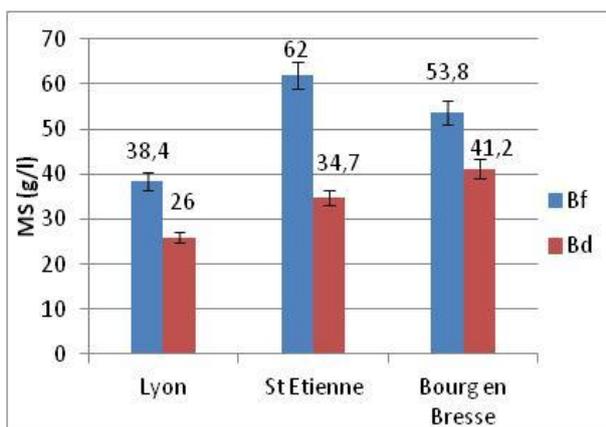


Figure 21 : teneur en MS présentes dans les boues, avant et après digestion industrielle

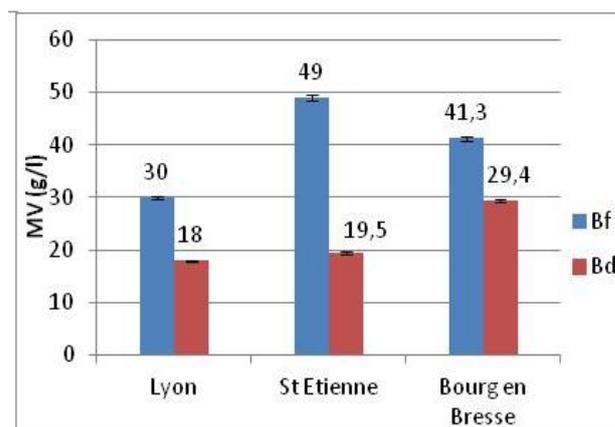


Figure 22 : teneur en MV présentes dans les boues, avant et après digestion industrielle.

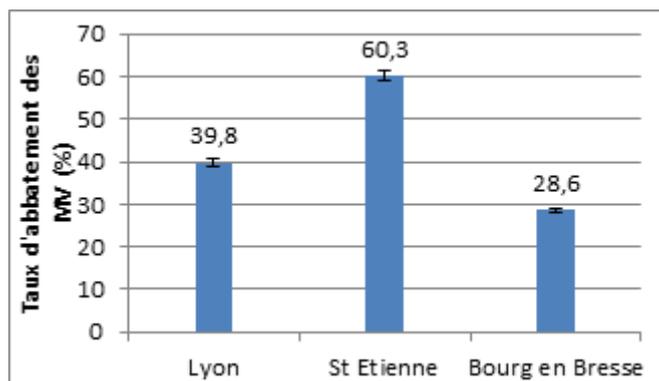


Figure 23: taux d'abattement des MV selon les 3 types de boues introduites dans le digesteur industriel.

La figure 21 montre une réduction nette de la teneur en MS dans les boues après digestion, liée à la diminution des MV (figure 22). La figure 23 montre que les boues primaires (St-Etienne) présentent ici le meilleur taux d'abattement de la MV lors de la digestion (60,3%), tandis que les boues secondaires (Bourg en Bresse) présentent le taux le plus faible (28,6%). Ces résultats semblent cohérents avec les données fournies par l'étude bibliographique (paragraphe 2.1.5 p17). Cependant, le taux d'abattement plus faible que la moyenne (35%) pour les boues secondaires, peut s'expliquer par un dysfonctionnement au niveau de la STEP de Bourg en Bresse, où la température des boues n'excède pas 30°C. De même, les boues mixtes (Lyon), ont un taux d'abattement largement inférieur à la moyenne calculée par Solagro (paragraphe 2.1.5 p17), avec 39.8% au lieu de 56% en moyenne. Cela pourrait signifier que la boue analysée n'est pas restée suffisamment longtemps dans le digesteur et possède donc un TSH inférieur au TSH optimal, d'où une boue peu digérée. La conclusion reste tout de même que les boues primaires ont une biodégradabilité plus élevée que les boues secondaires.

- *Mesures chimiques dans les boues*
- Devenir de l'azote au cours de la digestion

Les 2 figures ci-dessous présentent l'évolution de la concentration en NTK dans les Bf, et de l'ammonium dans les Bf et les Bd :

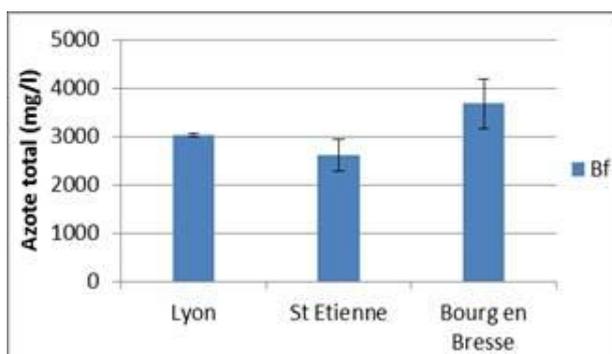


Figure 24: concentrations en NTK mesurées sur les boues fraîches des 3 stations.

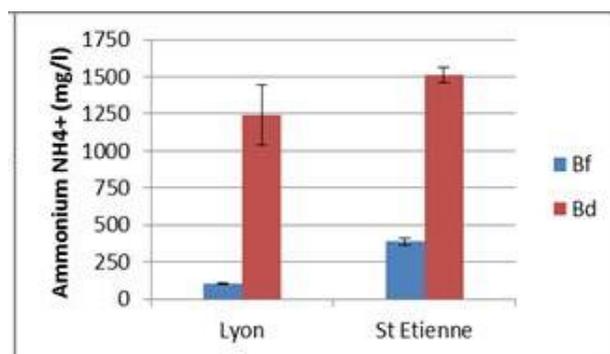


Figure 25 : concentrations en azote ammoniacal mesurées sur les boues de Lyon et St-Etienne, avant et après digestion anaérobie.

Le NTK a été mesuré uniquement sur les bf (figure 24), en considérant que les concentrations étaient les mêmes pour les boues digérées. A cause d'un imprévu technique, l'ammonium dans les boues de Bourg en Bresse n'a pu être évalué. Globalement, la teneur en NTK dans les boues varie entre 2500 et 4000 mg/l. Cette concentration représente environ 8% de la teneur en matière sèche des boues pour Lyon et Bourg en Bresse, et 4% pour St-Etienne, ce qui reste dans les fourchettes de

valeurs observées (entre 4 et 6%, avec des pics de valeurs à 9%) d'après Grimaud (1996). La figure 25 montre que la concentration en ammonium dans les boues digérées a quant à elle été multipliée respectivement par 10 et par 4 pour Lyon et St-Etienne par rapport aux boues fraîches. Cette minéralisation est liée à l'hydrolyse et l'acidogénèse des composés protéiques des boues lors de la digestion. La digestion entraîne donc une forte ammonification de l'azote organique par les bactéries anaérobies. Le taux de minéralisation de l'azote ( $T_m$ ) dans les boues est déterminé grâce à la formule suivante :

$$T_m = \frac{(C_{NH_4+Bd} - C_{NH_4+Bf})}{C_{NTK Bf}} \quad (5.1.1)$$

Avec :

$C_{NH_4+Bd}$  = concentration en azote ammoniacal de la boue digérée (mg/l).

$C_{NH_4+Bf}$  = concentration en azote ammoniacal de la boue fraîche (mg/l).

$C_{NTK Bf}$  = concentration en NTK de la boue fraîche (mg/l).

Ce taux vaut 37.4% pour Lyon et 43% pour St-Etienne. Ces résultats sont cohérents avec celui de Girault et al (2012), où le taux mesuré sur une boue secondaire était de 40%.

#### - Devenir du phosphore au cours de la digestion

D'après la figure 26 ci-dessous, il est difficile de déterminer une tendance pour l'évolution de la teneur en orthophosphates. En effet, pour Lyon et Bourg en Bresse, la digestion anaérobie ne semble pas avoir eu d'impact sur leurs concentrations dans les boues, alors que celle-ci augmente d'environ un tiers pour St-Etienne. Aussi, ces différences pourraient être liées aux différentes méthodes de traitement du phosphore employées sur les stations. En effet, si le phosphore est traité de manière physico-chimique, par précipitation à l'aide de  $FeCl_3$ , les précipités de  $FePO_4$  pourront être dissouts de manière significative uniquement par voie chimique pour des pH inférieurs à 3. Ainsi, dans les gammes de pH rencontrées en digestion anaérobie, ces précipités ne pourront pas être solubilisés (Lyon et Bourg en Bresse). Par contre, en ce qui concerne les boues primaires de Saint Etienne, l'injection de  $FeCl_3$  n'a pas encore été réalisée quand les boues sont collectées, le phosphore contenu dans la MV biodégradable peut donc être minéralisé au cours de la digestion, d'où l'augmentation observée. Cependant, la part du phosphore traité par voie biologique et par voie chimique sur les stations est difficile à déterminer, ces explications restent donc des hypothèses.

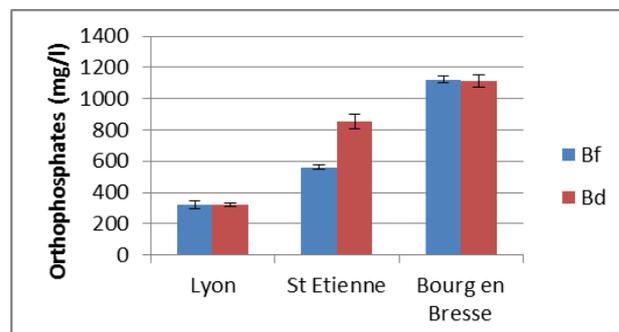


Figure 26 : concentrations en orthophosphates mesurées dans les 3 bf et les digestats correspondant.

➤ *Impact de la digestion anaérobie industrielle sur la filtrabilité des boues digérées (CST)*

Les mesures de CST normalisés sur les boues fraîches et digérées brutes (non conditionnées) sur la figure 27 montrent une augmentation plus ou moins importante de la valeur sur les digestats par rapport aux Bf correspondantes. Pour la boue mixte, la digestion anaérobie ne semble pas avoir d'impact et ne devrait donc pas impacter sa déshydratation (en se référant uniquement à ce paramètre). Au contraire, le CST des boues digérées est multiplié par 4 pour les boues primaires de St-Etienne. Cette augmentation de la valeur de CST pourrait s'expliquer par l'augmentation du nombre de particules fines et de colloïdes lors de la digestion, ce qui limiterait la capacité de l'eau à s'évacuer des boues. Eventuellement, ces observations pourront être reliées aux valeurs de siccité obtenues en déshydratation, dans la partie 5.1.3 de ce rapport.

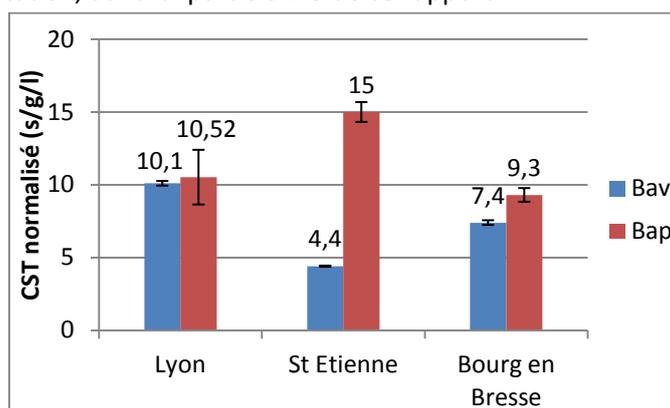


Figure 27 : mesure du CST sur les boues avant et après digestion, pour les 3 stations.

### 5.1.2 Impact de la digestion anaérobie sur le conditionnement des boues

Pour permettre le conditionnement des boues avant les essais de déshydratation, des courbes de CST ont été tracées afin de déterminer les doses de  $FeCl_3$  (cf annexe 5) nécessaires, ainsi que des courbes d'égouttages pour les doses de polymère. L'évolution de ces doses entre les boues avant et après digestion a ensuite été analysée.

➤ *Sur les doses de  $FeCl_3$*

Dans un premier temps, des mesures de détermination de la dose optimale de  $FeCl_3$  ont été réalisées sur la boue mixte et digérée de Lyon (figure 28). Sur cette figure, il apparaît que quelque soit la dose de  $FeCl_3$ , la valeur de CST correspondante pour les Bd est environ 2 à 3 fois plus importante que celle obtenue sur les Bf. De plus, la courbe ne présentait pas de rupture de pente facilement identifiable, ce qui rendait la détermination de la dose optimale plus difficile. Le choix fut alors porté sur un objectif de CST cible à atteindre, uniquement pour les boues digérées. Cette valeur cible a été choisi en se basant sur la dose optimale de  $FeCl_3$  obtenue pour les boues fraîches, dans l'optique d'essayer d'atteindre les mêmes performances de déshydratation que cette dernière pour les boues digérées. Ainsi, sur la figure 29, la rupture de pente sur la courbe des Bf apparaît nettement pour une dose de  $FeCl_3$  égal à 8%MS, pour une valeur de CST de 40s. Le même protocole a ensuite été suivi pour les 2 autres stations, avec cette fois-ci un CST cible de 40s pour St-Etienne, et 55s pour Bourg en Bresse (voir courbes de  $FeCl_3$  en annexe 5). Cette nouvelle valeur va entraîner un surdosage de  $FeCl_3$  dans la boue. Cela va alors permettre de capter plus de fines particules produites durant la digestion.

Remarque : ces valeurs cibles seront également utilisées par la suite pour les digestats issus des essais en laboratoire.

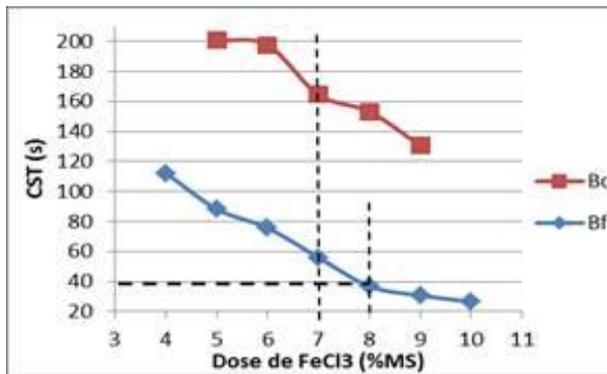


Figure 28 : évolution du CST en fonction de la dose de FeCl<sub>3</sub> ajoutée pour Lyon, avec des doses « classiques » pour les boues digérées.

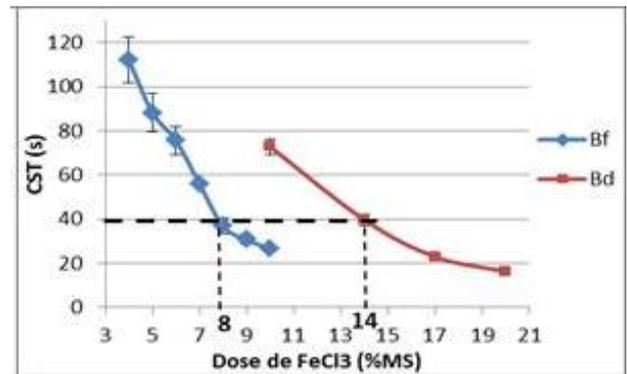


Figure 29 : évolution du CST en fonction de la dose de FeCl<sub>3</sub> ajoutée pour Lyon, avec un « surdosage » pour les boues digérées.

Au final, ces courbes ont permis de déterminer les doses de FeCl<sub>3</sub> pour le conditionnement :

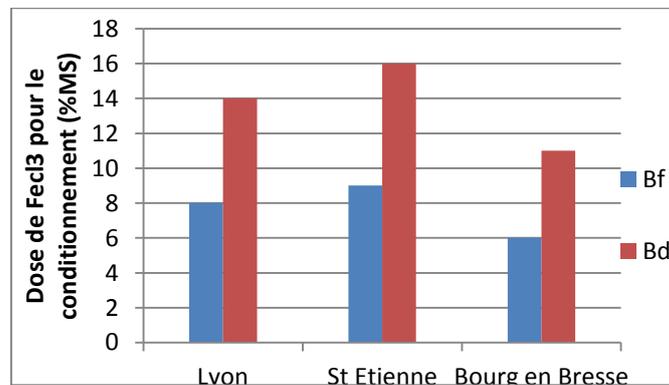


Figure 30 : dose de FeCl<sub>3</sub> retenue pour le conditionnement pour l'ensemble des boues de stations analysées.

En raison du protocole appliqué plus haut, il apparaît que les doses nécessaires pour les Bd sont très supérieures aux doses des Bf. De nombreuses STEP optent également pour une augmentation de la dose de FeCl<sub>3</sub> pour le conditionnement des Bd. En effet, en se basant sur les données fournies par l'état de l'art, la digestion produit une grande quantité de fines, qui va donc nécessiter une augmentation de la dose de FeCl<sub>3</sub> pour les coaguler. Les résultats ci-dessus semblent donc bien valider cette information, et le choix d'un surdosage reste ainsi un choix technique valable sur le plan industriel.

➤ *Sur les doses de polymère*

L'objectif était de déterminer le polymère et la dose optimale associée permettant la meilleure floculation en termes de volume de filtrat récupéré lors des tests d'égouttage. Ainsi, ce choix a conduit à ce que le polymère utilisé pour les boues fraîches ne soit pas forcément le même que celui utilisé pour les boues digérées. Les différentes courbes d'égouttage pour chaque polymère et boue testée sont regroupées dans l'annexe 6.

Le polymère et les doses retenues pour les Bf et les Bd correspondantes sont présentés sur la figure ci-dessous :

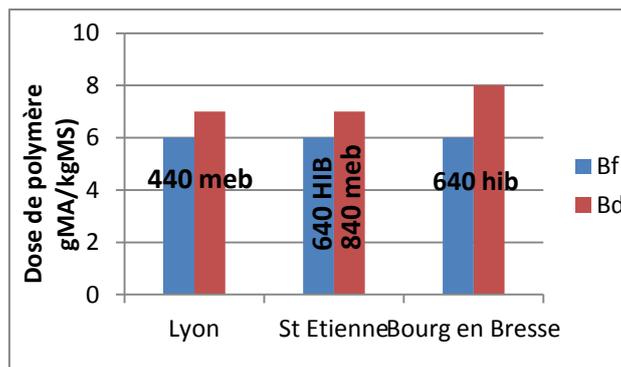


Figure 31 : dose et type de polymère retenu pour le conditionnement et pour l'ensemble des boues analysées.

La dose de polymère optimale des 3 boues fraîches (=6gMA/kgMS) est une dose classiquement utilisée sur les STEP (d'après Camacho et Prévot (2005), les doses classiques se situent entre 4 et 8gMA/kgMS).

Une légère augmentation de la dose nécessaire entre les Bf et les Bd est ainsi observée. Cette augmentation peut être reliée à l'évolution de la conductivité entre les bf et les digestats. En effet, d'après la figure 79 fournie en annexe 8, la conductivité dans les digestats augmente par rapport à celle des 3 Bf. Aussi, plus cette valeur est élevée, plus une boue contiendra d'ions, et donc plus la dose de polymère cationique nécessaire à la floculation sera importante (phénomène de neutralisation du polymère). Cependant, la hausse la plus forte de la conductivité (digestat de St-Etienne) n'est pas reliée à celle observée sur les doses de polymères (Bourg en Bresse). Or, la conductivité n'est pas le seul facteur pouvant influencer la floculation, et d'autres paramètres peuvent entrer en compte.

D'autre part, cette augmentation reste cependant nettement plus faible que celle évaluée par Novak et al, qui calculait une dose 8 à 9 fois supérieure pour les boues digérées (cf état de l'art partie 2.4.1 p27). Ceci peut s'expliquer par les méthodes différentes utilisées. En effet, Novak et al ont effectué un test de CST, en considérant que la dose permettant le CST le plus bas représentait l'optimum. Or cette méthode peut être considérée comme moins précise, étant donné l'hétérogénéité de l'échantillon une fois floculé, et la faible quantité analysée (5ml). Ainsi, le test d'égouttage semble être une méthode plus fiable pour déterminer cet optimum.

De plus, le surdosage de  $FeCl_3$  entraîne une forte acidification de la boue digérée (plus que la boue fraîche pour laquelle sont ajoutées des doses beaucoup plus faibles), or, d'après l'étude bibliographique (paragraphe 2.3.4), la dose de polymère cationique nécessaire pour le conditionnement serait réduite en milieu acide. Cela pourrait alors également expliquer en partie cette différence réduite.

Ainsi, même si il y a augmentation de la dose nécessaire, il faudrait également prendre en compte le fait que le volume des boues digérées est moins important que le volume des boues fraîches, et donc comparer la quantité de polymère nécessaire pour un volume totale de boue digérée par rapport au volume que représenterait ces mêmes boues sans digestion, afin de pouvoir déterminer si la consommation est réellement plus importante. Cet aspect sera ainsi étudié plus en détail dans la partie 5.1.5 de ce rapport.

*Remarque : l'ensemble des doses de  $FeCl_3$  et polymère utilisées pour le conditionnement des 3 Bf et des 3 digestats correspondants est regroupé dans le tableau en annexe 7.*

### 5.1.3 Impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues

Les 2 figures ci-dessous présentent les résultats des siccités finales des boues obtenues respectivement en cellule de filtration tangentielle et en centrifugeuse.

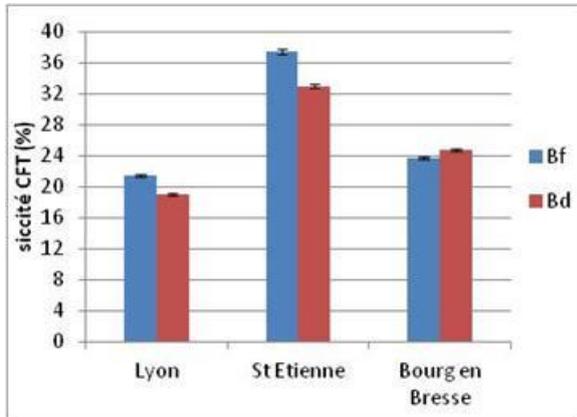


Figure 32 : siccités finales des boues de stations après déshydratation en cellule de filtration tangentielle.

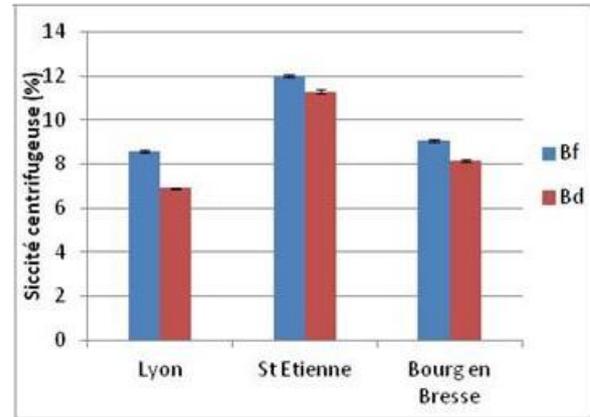


Figure 33 : siccités finales des boues de stations après déshydratation en centrifugeuse.

Les faibles valeurs de siccité mesurées pour les essais en centrifugeuse (entre 7 et 12%) ne sont pas représentatives des résultats obtenus sur des centrifugeuses industrielles, et semblent plus correspondre à des procédés d'égouttage que de filtration. Néanmoins, ces valeurs servent d'indicateurs quant à la capacité des boues à se déshydrater, et peuvent être mises en relation avec les valeurs obtenues en CFT.

Globalement, la tendance est la même, à savoir une baisse de la siccité finale pour les boues digérées. Seules les boues biologiques de Bourg en Bresse ont gagné 1 point de siccité avec la digestion, mais cette amélioration ne s'est pas vérifiée lors des tests en centrifugeuse. Cependant, ces 2 essais sont régis par des phénomènes distincts :

En effet, les essais en centrifugeuse permettent plutôt ici de juger de la capacité de la boue à flocculer. Ainsi, la baisse de siccité pour les boues digérées montre que ces dernières flocculent moins bien que les boues fraîches. Ce problème de floculation peut être en partie lié à la solubilisation des EPS durant la digestion (Ye et al, 2014), entraînant une solubilisation de cations divalents, ce qui d'après Sobek et Higgins (2001), provoquerait un effondrement de la structure flocculée (état de l'art p25).

Pour la CFT, bien que la floculation entre en considération, c'est la pression osmotique qui est le facteur limitant majeur de la déshydratation. Elle est générée par la force de transfert nécessaire à l'égalisation des potentiels chimiques dans un système constitué ici de floccs de boue et d'eau libre (phénomène d'osmose). Dans les boues digérées, ce facteur limitant est accru, en lien avec l'augmentation de la valeur de conductivité, d'où une diminution de siccité observée sur ces digestats.

La tendance inverse en CFT pour les boues de Bourg en Bresse peut être expliquée par différentes hypothèses. D'une part, cela peut être lié à la nature même de la boue. En effet, une boue secondaire va présenter une structure plus stable (floccs bactérien + matrice d'EPS) qu'une boue primaire par exemple, et sera donc moins facilement transformée au cours de la digestion. D'autre part ce résultat pourrait tout aussi bien être lié au problème de température de chauffe rencontré par la station.

Vis-à-vis des mesures de CST effectués sur la boue brute (figure 27 p49) : ce paramètre est considéré comme l'un des facteurs permettant de déterminer le caractère plus ou moins déshydratable d'une boue. Ainsi en CFT, et donc en filtre presse, où les phénomènes de cinétique ont une forte influence sur la déshydratation d'une boue, plus celle-ci va mettre du temps à libérer son eau (et donc avoir un CST élevé) et plus sa siccité finale devrait être faible. Logiquement donc, plus une boue possède un CST élevé et plus il est difficile de la déshydrater. Or, les siccités finales obtenues lors des différents tests de déshydratation ne sont pas forcément reliées aux CST mesuré au 5.1.1 figure 27. En effet, pour Bourg en Bresse par exemple, la boue digérée présente une meilleure siccité que les boues fraîches (voir paragraphe V.1.3) (bien que les 2 valeurs soient proches). De plus, l'augmentation du CST n'est pas directement proportionnelle à la diminution de siccité observée, notamment pour Lyon et Bourg en Bresse. La mesure du CST sur les boues brutes n'est donc pas forcément un bon indicateur de la déshydratabilité d'une boue. Ainsi, contrairement aux nombreuses études se basant uniquement sur ce paramètre, ce dernier devrait être systématiquement comparé à d'autres analyses, notamment des tests de déshydratation.

#### 5.1.4 Qualité des filtrats issus de la CFT

La figure ci-dessous présente les concentrations en NTK et ammonium mesurées sur les filtrats issus des Bf et Bd déshydratées en CFT :

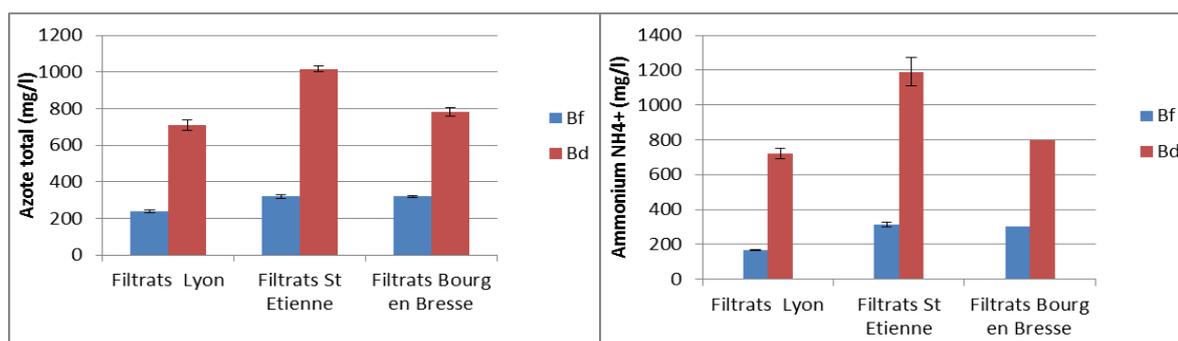


Figure 34 : concentrations en azote total et ions ammonium mesurées dans les filtrats issus de la CFT, pour les 3 boues, avant et après digestion anaérobie.

*Remarque : sur les graphiques ci-dessus, la concentration en ammonium apparaît légèrement supérieure à celle de l'azote total, ce qui n'est logiquement pas possible. Ceci est lié aux incertitudes analytiques, mais il n'y a cependant pas de différences statistiquement significatives.*

Ainsi, une différence marquée s'impose entre les 2 types de filtrat. En effet, la quantité d'azote ammoniacal libérée dans le filtrat est 3 à 4 fois plus importante pour les boues digérées. L'azote total contenu dans le filtrat est également essentiellement constitué d'azote ammoniacal (valeurs mesurées à peu près égales). Cette forme chimique, présente en concentration importante dans les boues digérées (figure 25, p47) est soluble et est donc essentiellement retrouvée dans les filtrats.

Les mesures de concentrations en Pt et orthophosphates sont également présentées dans la figure ci-dessous :

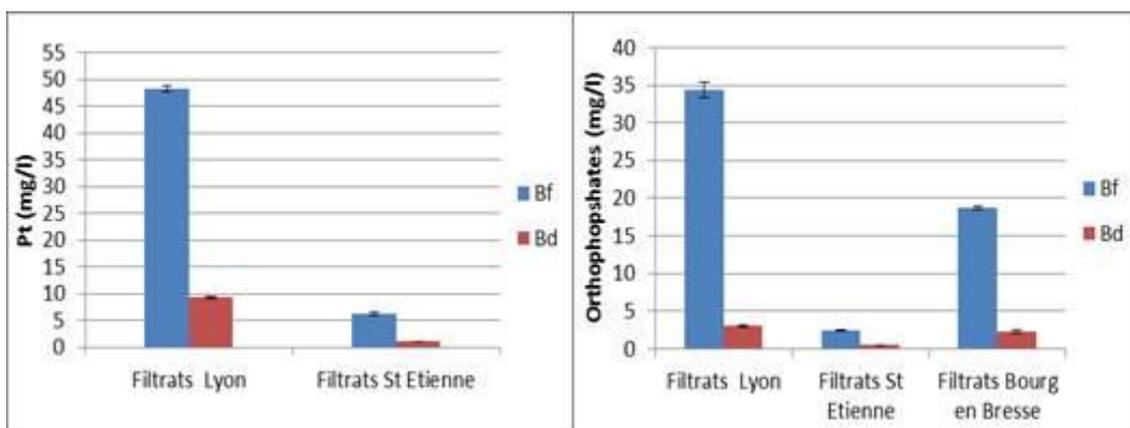


Figure 35 : Concentrations en Pt et en orthophosphates mesurées dans les filtrats issus de la CFT, pour les 3 boues, avant et après digestion anaérobie.

D'après cette figure, les concentrations en phosphore mesurées dans les filtrats issus des Bf varient fortement d'une boue à l'autre, tout comme les filtrats issus des Bd (différence de 90% entre Lyon et St-Etienne pour les 2 types de filtrats). La même tendance est observée pour les orthophosphates, excepté pour les filtrats issus des Bd qui présentent des concentrations proches et inférieures à 3mg/l. D'autre part les concentrations mesurées dans les filtrats des Bf sont toujours plus importantes que celles mesurées dans le filtrat des Bd. Cependant, l'ensemble de ces valeurs restent relativement faibles, surtout pour les filtrats issus des Bd, qui peuvent être considérées comme négligeables. Cela peut s'expliquer par l'ajout de  $FeCl_3$  lors du conditionnement des boues, qui a provoqué la précipitation des orthophosphates. Aussi, ce phénomène est d'autant plus marqué pour les filtrats issus des boues digérées qui avaient reçues une forte dose de  $FeCl_3$ .

### 5.1.5 Discussion opérationnelle (cf annexe 9)

Cette partie va permettre de faire le bilan de la digestion en termes de réduction de volumes, de consommations en agents de conditionnement, et de retours en têtes de stations.

- Détermination de la réduction du volume de boue générée par la digestion.

En considérant un volume standard de Bf de 100L par exemple, des volumes de boues déshydratées correspondants ont été calculés, en fonction des résultats fournis par les boues des 3 stations analysées. Ces volumes sont présentés sur la figure ci-dessous :

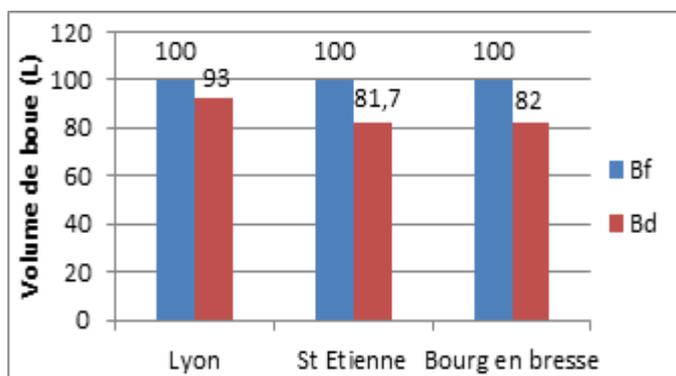


Figure 36 : réduction du volume de boues digérées, en considérant un volume de boue fraîche de 100L.

La digestion anaérobie permet une réduction des volumes comprise entre 7 et 20%, selon les données des différentes stations. Ces réductions restent cependant inférieures aux données fournies par l'état de l'art (2.1.5 p17), où Camacho et Prévot considéraient une réduction des volumes d'environ 1/3.

➤ Consommation en agents de conditionnement

Comme évoqué dans la partie 5.1.2, il serait intéressant de déterminer les consommations en  $FeCl_3$  et polymère nécessaires au conditionnement d'un volume défini de boue fraîche, et de les comparer aux quantités nécessaires par rapport au volume de boue digérée correspondant. Cela permettra alors d'évaluer l'impact supposé de la digestion sur le conditionnement dans le cas où la station serait équipée d'un filtre presse.

En reprenant les valeurs des différents volumes calculés dans le paragraphe précédent, et en les associant aux doses de polymère optimales déterminées pour chaque boue par nos analyses, ainsi que les mesures de MS, il est alors possible de calculer les quantités des différents agents de conditionnement consommés. Les résultats sont ainsi présentés dans les figures ci-dessous :

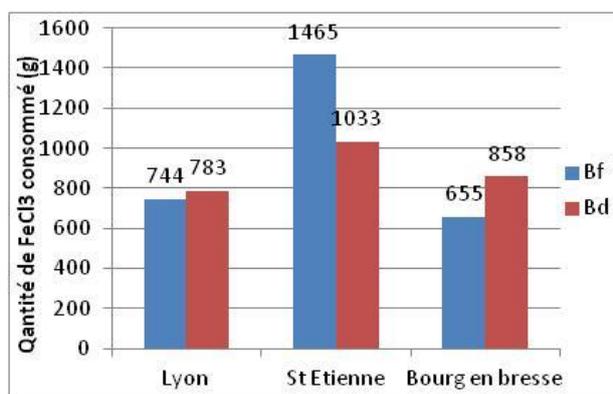


Figure 37 : quantité de  $FeCl_3$  consommé pour le conditionnement des différents volumes de boues calculés.

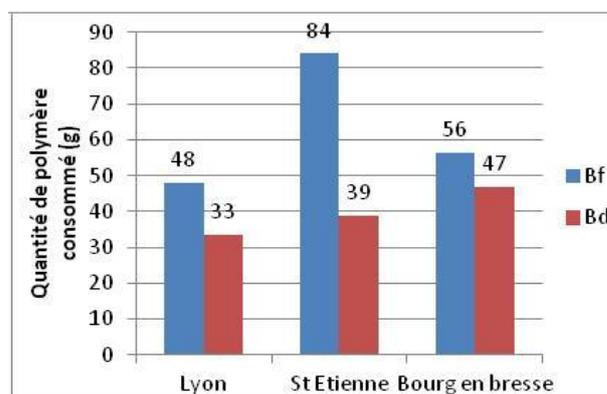


Figure 38 : quantité de polymère consommé (solution commerciale à 50%) pour le conditionnement des différents volumes de boues calculés.

Au regard de la figure 37, en dehors de la station digérant uniquement des BP (Saint Etienne), le surdosage en  $FeCl_3$  sur les Bd a entraîné une hausse de la consommation pour ces boues par rapport aux Bf, qui n'est pas compensée par l'abattement des MS lors de la digestion. En ce qui concerne la station de Saint Etienne, le fort abattement des MS des boues primaires dans la digestion permet de conserver un impact positif de la digestion sur les consommations de  $FeCl_3$  malgré un surdosage de ce dernier.

Quant au polymère (figure 38), la digestion présente toujours un impact bénéfique sur sa consommation. En effet, celle-ci diminue de plus d'un tiers pour Lyon, de plus de moitié pour St-Etienne, et plus modérément pour Bourg en Bresse. Ainsi, bien que la dose optimale de polymère nécessaire augmente pour les boues digérées, celle-ci est neutralisée par la réduction des MS engendrée par la digestion.

Afin de se placer d'un point de vue d'une station équipée d'un filtre presse et qui envisagerait d'installer une digestion anaérobie sur leur filière de traitement, il serait intéressant d'effectuer une étude comparative des coûts de revient générés par les consommations en agents de

conditionnement pour les 2 cas analysées, et d'en conclure quel est le choix économiquement le plus avantageux (en termes d'agents de conditionnement uniquement).

Ainsi, en considérant un prix d'achat moyen de 2€/kg pour un polymère en émulsion commerciale à 50%, et 173€/T pour le FeCl<sub>3</sub> concentré à 430g/kg (prix fourni par la STEP de Moulins), le coût total pour le conditionnement peut être calculé (cf annexe 9 pour le calcul détaillé):

Tableau 8 : Coût total du conditionnement pour 100L de Bf et le volume de boue digérée correspondant.

| Coût total (euros) | Lyon | St-Etienne | Bourg en Bresse |
|--------------------|------|------------|-----------------|
| Bf                 | 0,22 | 0,42       | 0,23            |
| Bd                 | 0,20 | 0,26       | 0,24            |

Finalement, le coût total pour le conditionnement diminue dans le cas où la boue est digérée pour toutes les stations. Cette diminution est particulièrement marquée dans le cas de la digestion des BP de St-Etienne.

➤ Comparaison des volumes de boues déshydratées

Ces derniers ont été calculés grâce à la formule suivante :

$$V_{bd\text{déshydratées}} (kg) = \frac{V_{boue} (kg) * MS_{boue} (g/l)}{\text{siccité des boues en CFT} (g/l)} \quad (5.1.1)$$

Les résultats sont présentés dans la figure ci-dessous :

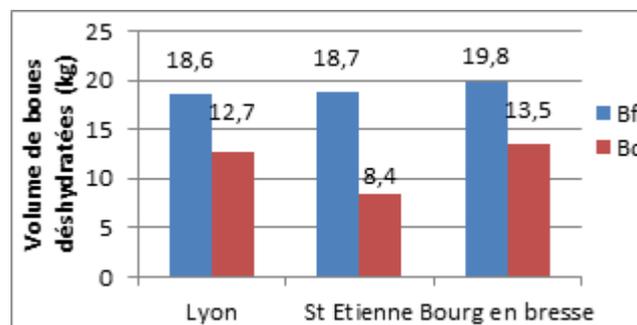


Figure 39 : comparaison entre les volumes de boues déshydratées correspondant à un volume fixé de 100L de boues fraîches et les volumes de boues digérées correspondant.

Ainsi, en plus de la baisse des coûts d'achats d'agents de conditionnement des boues, la digestion permet également une réduction des volumes de boues déshydratées, et ce, même quand la siccité finale en CFT se trouve dégradée par la digestion (St-Etienne et Lyon). La diminution est d'environ 50% sur St-Etienne et 30% sur Lyon et Bourg en Bresse.

➤ *Les retours en tête*

Les analyses chimiques issues du filtrat ont permis de déterminer les pourcentages que représentent les charges de retours en tête par rapport aux charges journalières en entrée de station (en azote et phosphore). Pour l'azote, seul l'ammonium est pris en compte dans le calcul car ce dernier représente à lui seul la quasi-totalité de l'azote présent dans le filtrat (cf figure 34 p53). Pour le phosphore, les orthophosphates sont uniquement pris en compte, car ce sont les seuls à représenter une surcharge de phosphore à traiter, le reste étant déjà sous forme particulaire. Les résultats sont ainsi présentés dans les figures ci-dessous, pour les 3 stations étudiées :

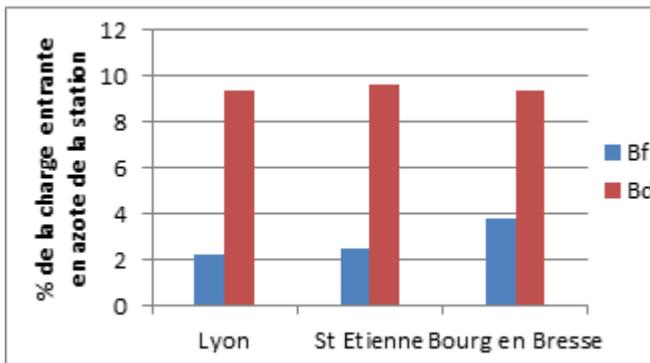


Figure 40 : % de la charge entrante en azote représentés par les retours en têtes pour les Bf et Bd de Lyon et Bourg en Bresse.

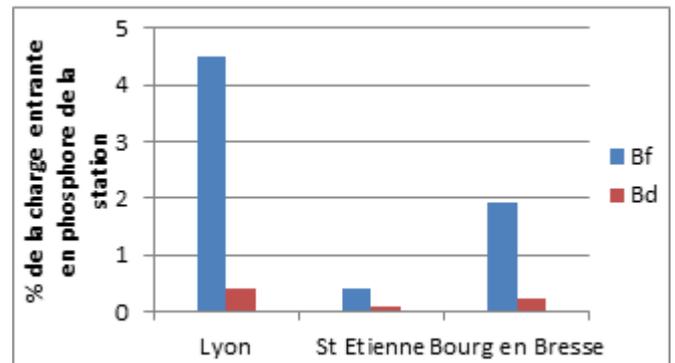


Figure 41 : % de la charge entrante en phosphore représentés par les retours en têtes pour les Bf et Bd de Lyon et Bourg en Bresse.

Les charges de retour en têtes pour l'azote sont relativement négligeables pour les boues fraîches (<4%). Au contraire pour les boues digérées, celles-ci sont 3 à 4 fois plus importantes, avec une charge représentant en moyenne 9,4% de la charge en entrée. Cependant, cette valeur reste relativement faible comparée aux valeurs calculées habituellement sur les stations (de l'ordre de 15 à 20%, cf état de l'art partie 2.4.3). Cela pourrait confirmer le fait que la boue de Lyon n'est pas digérée avec un TSH suffisant. Pour le phosphore, les charges sont négligeables, étant données les faibles concentrations qui avaient été mesurées dans les filtrats.

## 5.2 Impact du TSH du digesteur sur les performances de déshydratation des boues

Dans cette partie, les mêmes paramètres que dans la partie précédente vont être analysés sur les digestats issus des essais de digestion en laboratoire, en suivant cette fois-ci l'évolution de ces paramètres en fonction du TSH.

*Remarques :*

- Des tests de répétabilité ont été réalisés pour le digestat de Lyon : 3 réacteurs batch au lieu d'un ont ainsi été analysés pour des TSH de 10 et 30 jours (d'où les 9 réacteurs batchs utilisés au total, cf matériel et méthode). Les coefficients de variation obtenus ont ensuite été extrapolés pour les autres points de mesure. Ces dernières ont alors permis de constater que les résultats obtenus étaient reproductibles, notamment pour les digestats à 30 jours.
- Le point de temps séjour 0 sur les graphiques correspond au point d'analyse des boues fraîches.

## 5.2.1 Impact du TSH sur les caractéristiques globales des boues digérées

- Evolution de la concentration en MS et du taux d'abattement des MV.

La figure 42 ci-dessous présente l'évolution de la concentration en MS dans les boues en fonction du TSH, ainsi que le taux d'abattement des MV associé :

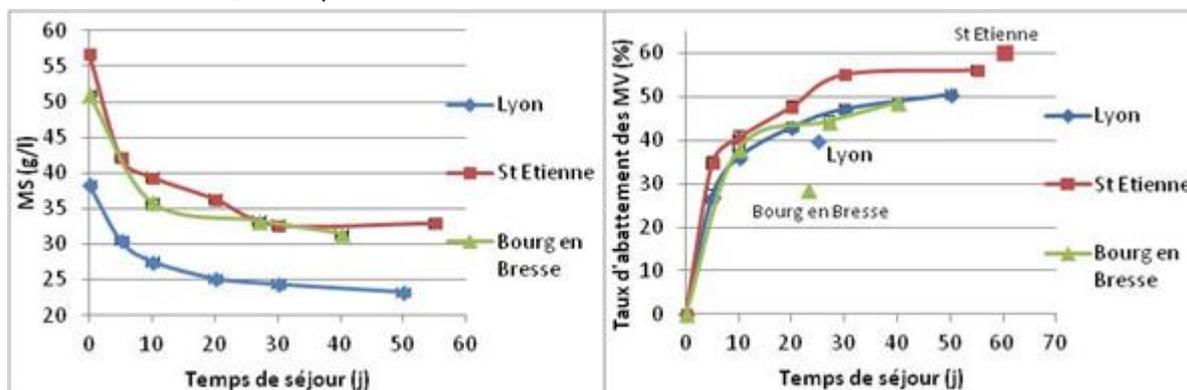


Figure 42 : évolution de la MS et du taux d'abattement des MV dans les boues en fonction du TSH pour les réacteurs batch, et pour les boues de station analysées (marqueurs bleu, rouge et vert).

Cette figure permet d'observer une baisse relativement rapide de la concentration en MS dans les digestats durant les 10 premiers jours de digestion, couplée à une augmentation rapide du taux d'abattement des MV. Au-delà de ces 10 jours, la vitesse de biodégradation ralentit, avec une augmentation du taux d'abattement (et diminution des MS) moins importante, puis, pour de longs TSH, les courbes ont tendance à se stabiliser, avec une vitesse de dégradation alors fortement ralentie. Les concentrations finales en MS des digestats sont de l'ordre de 25 g/l pour Lyon, et 30 et 34 g/l pour St-Etienne et Bourg en Bresse. Les courbes de taux d'abattement sont globalement les mêmes pour les 3 boues, même si la boue de St-Etienne présente des valeurs légèrement plus élevées que les 2 autres boues. Au final, les digesteurs de Lyon et Bourg en Bresse auront dégradés près de 50% de leur MV initiales, et 56% pour St-Etienne.

Comparativement aux boues analysées avant et après digestion industrielle (marqueurs bleu, vert et rouge sur la figure des taux d'abattement), les réacteurs batch expérimentaux auront permis une meilleure dégradation des MV, notamment pour Bourg en Bresse où le taux d'abattement en réacteur batch est 1,5 fois supérieur à celui du digesteur de la station. Cette différence importante est sûrement en lien avec le problème de température rencontré sur la station. De plus, les digesteurs de station opèrent selon une alimentation en continue. Ainsi d'une part, des chemins préférentiels peuvent se créer dans le digesteur bien qu'un brassage soit présent, et d'autre part, la boue digérée de station qui a été analysée n'est pas la résultante de la digestion de la boue brute analysée, mais représente plutôt une moyenne sur le TSH de la station. De ce fait, pour pouvoir obtenir un réel bilan sur les stations, il aurait fallu effectuer des prélèvements très régulièrement pendant une période d'au moins plusieurs mois, ce qui n'était pas faisable ici. Au final, les réacteurs batch permettent une digestion plus complète que les digesteurs de stations. Le point de St-Etienne quant à lui ne peut pas vraiment être comparé à l'évolution dans le réacteur batch au vue de la boue fraîche utilisée, qui est une boue mixte et non une boue primaire comme utilisée sur la station.

➤ Evolution du pH au cours de la digestion

L'évolution du pH en fonction du temps séjour est présentée sur la figure ci-dessous :

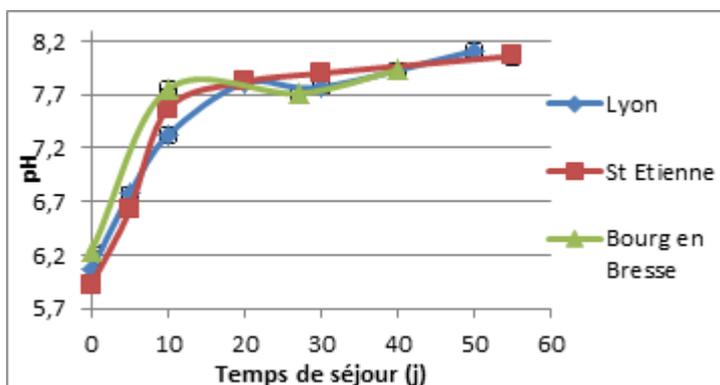


Figure 43 : pH dans les digestats en fonction du TSH.

Ainsi, le pH présente quasiment la même tendance pour les 3 digestats. En effet, celui-ci augmente fortement durant les 10 premiers jours de digestion puis se stabilise relativement bien ensuite avec des valeurs comprises entre 7,7 et 8,2. Cette augmentation durant les 10 premiers jours est liée à 3 processus conjoints : d'une part la consommation des AGV présents dans la Bf et produits en début de digestion, et d'autre part la forte ammonification (figure 52 p64) et la production de carbonates dissouts en lien avec la production de gaz durant cette période.

➤ Evolution de la production de gaz au cours de la digestion

Les 2 figures ci-dessous présentent les productions de gaz respectivement en normaux litres (NL), et par rapport au kg de MV initialement introduites dans les digesteurs.

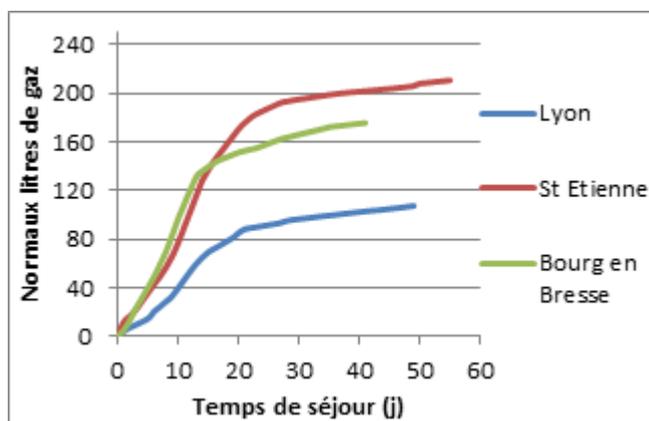


Figure 44 : production de gaz en NL en fonction du TSH pour chacun des 3 digestats du laboratoire.

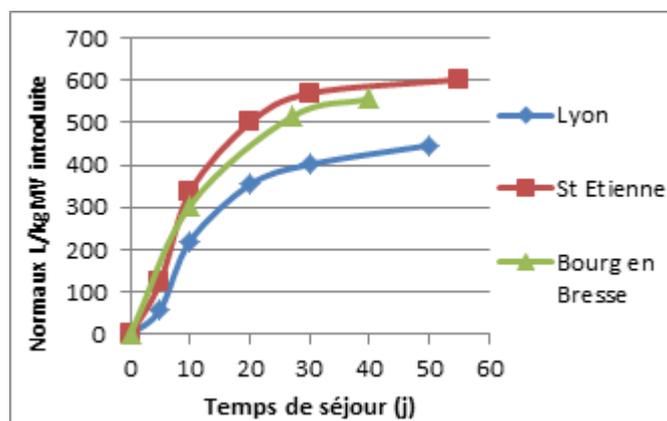


Figure 45 : production de gaz en NL/kg de MV introduite en fonction du TSH pour chacun des 3 digestats du laboratoire.

Remarque : La production de gaz par kg de MV détruite a également été calculée en annexe 10.

Sur la figure 44, la même tendance est observée pour les 3 boues, selon cependant des durées différentes : la production est maximale pendant les 20 premiers jours pour Lyon et St-Etienne, (production moyenne respectivement de 4 et 8 NL/jr), et les 13 premiers jours pour Bourg en Bresse (10NL/jr) puis une rupture de pente apparaît traduisant le ralentissement de la production (moyenne passant à 0,6 NL/jr pour Lyon et St-Etienne et 1,37NL/jr pour Bourg en Bresse). Sur la figure 45, les production finale de gaz par kg de MV se situe entre 450NL (Lyon) et 600NL (St Etienne).

Sur les 2 figures, les boues mixtes (St-Etienne) sont celles qui ont permis la production finale maximale (600NL/kgMV introduite). Celles-ci ont produit environ 1,5 fois plus que les boues de Lyon. Cette différence peut s'expliquer par des problèmes de fuites apparues lors du premier essai de digestion (Lyon), qui ont pu être réglés par la suite (cf annexe 10). De plus, cette station étant en sous charge, les boues secondaires ont donc tendance à rester dans les bassins plus longtemps. De ce fait, elles peuvent avoir perdues de leur pouvoir méthanogène avant d'entrer dans le digesteur. En supposant que la production de gaz (Lyon) est sous-estimée, les figures permettent de conclure que les boues mixtes produisent plus que les boues secondaires, alors que ces dernières se dégradent plus rapidement durant les premiers jours de digestion, mais cependant pendant un temps plus court.

➤ *Impact du TSH de la digestion sur la filtrabilité des boues digérées (CST)*

Les figures ci-dessous présentent l'évolution du CST brut et normalisé suivant le TSH, mesuré sur les échantillons de boues non conditionnées.

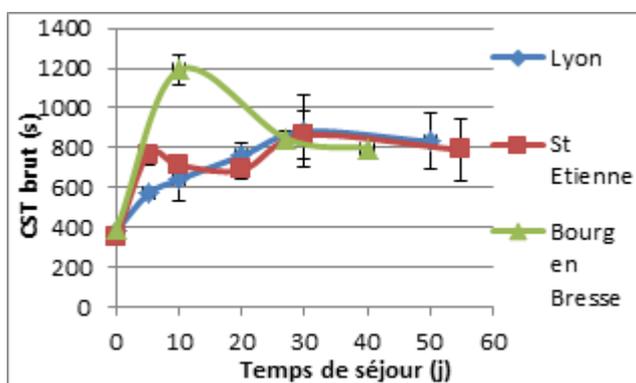


Figure 46 : évolution du CST en fonction du TSH, pour les 3 digestats issus des essais en laboratoire.

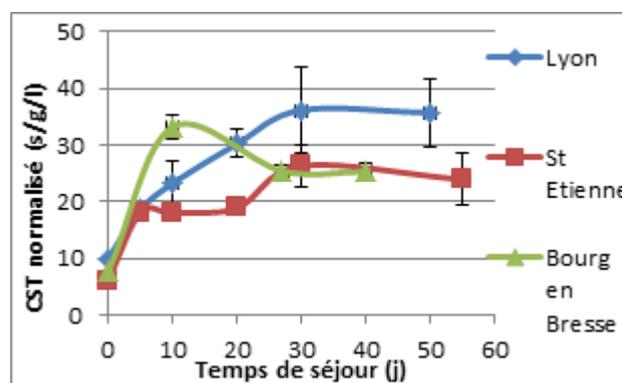


Figure 47 : évolution du CST normalisé en fonction du TSH, pour les 3 digestats issus des essais en laboratoire.

Ainsi, bien que les 3 essais présentent des comportements différents, notamment en début de digestion, le point final montre bien une nette augmentation du CST brut et normalisé par rapport à celui mesuré sur les boues fraîches, avec une relative stabilisation de cette valeur à partir de 30 jours. Ainsi, Le CST normalisé a triplé pour Lyon et a été multiplié par 5 pour St-Etienne et Bourg en Bresse. Cette augmentation est en accord avec les résultats obtenus sur les boues de station (cf paragraphe 5.1.1 p49).

La digestion anaérobie engendre donc bien une production importante de fines particules et de colloïdes, qui limitent la capacité de l'eau à s'évacuer.

Au niveau de leurs comportements, la boue de Lyon semble se comporter comme la boue 1 analysée par Novak et al, 2004 (cf état de l'art partie 2.4.2.1), avec une légère diminution en fin de digestion, bien que la valeur ne redescende jamais en dessous de la valeur obtenue par les boues fraîches. La boue de St-Etienne elle, semble combiner les 2 types de comportements observés par Ye et al (2014) et Novak et al (2004), avec, au début de la digestion, une augmentation autour des 10 premiers jours, puis une légère diminution pour ensuite ré-augmenter, et enfin de nouveau une diminution entre 30 et 55 jours comme la boue de Lyon. La boue de Bourg en Bresse quant à elle présente un pic à 10 jours, avec des CST de l'ordre de 20min (figure 46). Pour des valeurs aussi élevées, un phénomène d'évaporation au niveau du papier absorbant peut entrer en jeu, et donc fausser les résultats.

Finalement, au vue des courbes de CST normalisé, le digestat de Lyon devrait être celui présentant la plus mauvaise déshydratabilité et celui de St-Etienne la meilleure. Cependant, il reste à savoir si les variations de CST observées tout le long de la digestion peuvent être corrélées avec les variations de siccité en CFT, et donc avec les variations de déshydratabilité des boues.

### 5.2.2 Impact du TSH sur le conditionnement des boues.

➤ *Impact sur les doses de FeCl<sub>3</sub>*

L'évolution des doses optimales de FeCl<sub>3</sub> en fonction du TSH est présentée sur la figure ci-dessous :

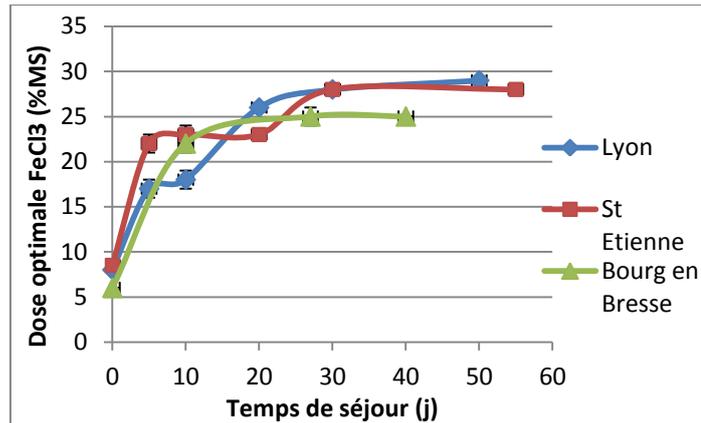


Figure 48 : évolution des doses optimales de FeCl<sub>3</sub> en fonction du CST cible et du TSH, pour les 3 digestats.

D'après cette figure, la dose de FeCl<sub>3</sub> nécessaire pour atteindre le CST cible augmente rapidement durant les 10 premiers jours de digestion, puis à tendance à se stabiliser. Cela peut être expliqué par le fait que la production de fines et de colloïdes est maximale durant la phase d'hydrolyse de la digestion, ce qui engendre une forte augmentation des doses de FeCl<sub>3</sub> nécessaires pour les coaguler. Cette production ralentit pour des TSHs supérieurs à 15-20 jours engendrant une stabilisation de la dose de FeCl<sub>3</sub> nécessaire. De plus, on peut noter que cette dose reste alors élevée même pour les longs TSH, ce qui peut signifier que les fines produites ne sont pas biodégradables en conditions anaérobies et ne peuvent pas être éliminées même en augmentant le temps de digestion.

➤ *Impact sur les doses de polymère*

La figure ci-dessous montre l'impact du TSH sur les doses optimales de polymère nécessaires pour le conditionnement des boues :

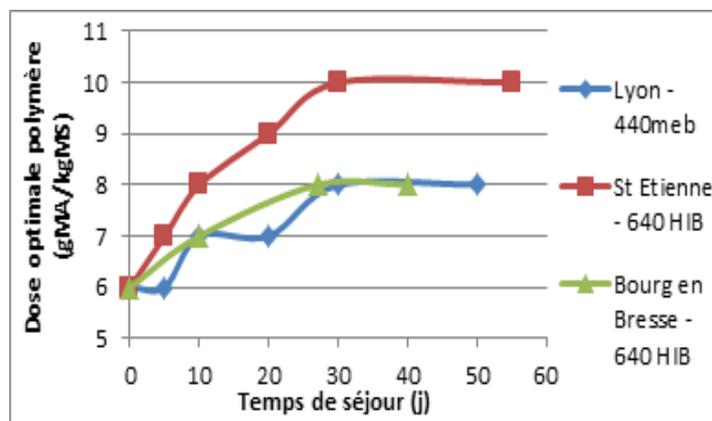


Figure 49 : évolution de la dose optimale de polymère pour le conditionnement pour les 3 boues, en fonction du TSH.

Graphiquement, la même évolution s'impose de manière plus ou moins marquée. En effet, pour les 3 essais, la dose optimale de polymère cationique nécessaire augmente progressivement durant les 30 premiers jours de digestion, puis se stabilise jusqu'à la fin. Les digestats issus de St-Etienne sont ceux présentant l'augmentation finale la plus forte, avec une dose augmentant de 4gMA/kgMS, contre 2gMA/kgMS pour Lyon et Bourg en Bresse. Ces augmentations restent cependant encore une fois relativement inférieures aux valeurs fournies par l'étude bibliographique (cf état de l'art 2.1.4 p26-27), bien que celles-ci soient tout de même supérieures à celles évaluées sur les boues des 3 stations (excepté pour Bourg en Bresse où l'augmentation est la même). Cette évolution peut être reliée à l'évolution de la conductivité dans le digestat suivant le TSH. En effet, les courbes (figure 79) fournies en annexe 8 montrent une augmentation rapide de la conductivité au début de la digestion, puis une stabilisation pour de longs TSH. Ainsi, du fait de l'hydrolyse et de l'acidogénèse de la MV en début de digestion, le milieu devient tout d'abord de plus en plus chargé en ions. Ce processus entraîne une augmentation des doses de polymère nécessaires en début de digestion du fait du phénomène de neutralisation des charges. Cette augmentation de la conductivité s'atténue pour de longs TSH, d'où une stabilisation de la dose de polymère nécessaire.

*Remarque : l'ensemble des doses de FeCl<sub>3</sub> et polymère utilisées pour le conditionnement des digestats est regroupé dans le tableau en annexe 7.*

### 5.2.3 Impact du TSH sur la déshydratabilité des boues.

Les figures ci-dessous présentent l'évolution de la siccité finale des boues après déshydratation en CFT et centrifugeuse :

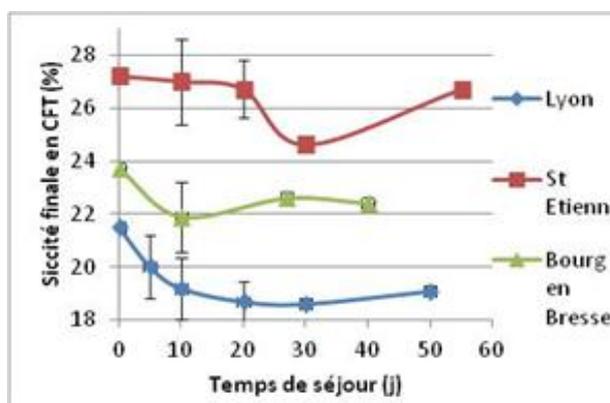


Figure 50 : évolution de la siccité finale des boues après déshydratation en CFT, en fonction du TSH

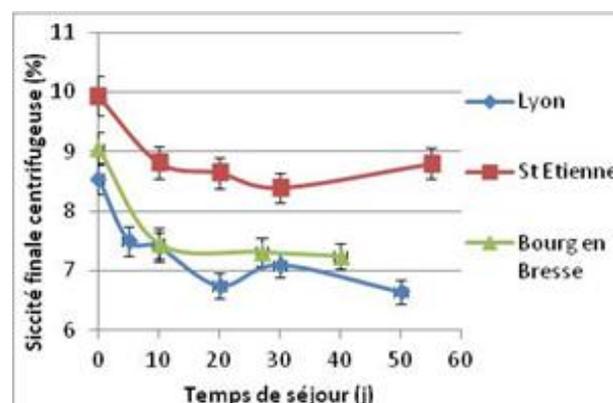


Figure 51 : évolution de la siccité finale des boues après déshydratation en centrifugeuse, en fonction du TSH.

Ainsi, quel que soit le TSH considéré, la digestion anaérobie impacte négativement la siccité de la boue déshydratée en CFT (figure 50). Cet impact reste cependant modéré, une diminution maximale de 2 points de siccité étant observée sur Lyon et Bourg en Bresse, et 2,6 point sur St-Etienne. Quel que soit les boues, 2 phases peuvent être observées :

- Une phase au cours de laquelle l'augmentation du TSH conduit d'abord à une diminution de la siccité des boues déshydratées. Cette phase peut être plus ou moins longue suivant la boue analysée (30 jours pour Lyon et St-Etienne, et 10 jours pour Bourg en Bresse).
- Une phase suivante au cours de laquelle l'augmentation du TSH conduit à une augmentation de la siccité des boues déshydratées. Cependant, même pour des TSH très long (50 jours) la déshydratabilité de la boue digérée reste inférieure à celle de la boue fraîche (pour Lyon : 19% contre 21,5%, St-Etienne : 26,7% contre 27,2%, Bourg en Bresse : 22,6 contre 23,7%).

Deux phénomènes peuvent être liés à cette évolution en 2 phases :

D'une part, au cours de la première phase, la digestion entraîne une forte production de particules solubles et colloïdales, notamment des EPS solubles hydrophiles, via l'étape d'hydrolyse, qui dégradent la déshydratabilité de la boue, malgré la diminution de la quantité totale d'EPS observée par Houghton et al (cf état de l'art partie 2.4.2). D'autre part, du fait de la biodégradation, la salinité au sein de la matrice d'EPS augmente en lien avec l'augmentation de la conductivité globale dans le digestat (cf figure 79 en annexe 8). Cette augmentation modifie l'équilibre ionique au sein des boues, et accroît l'effet limitant de la pression osmotique par rapport à une boue fraîche, d'où une baisse de siccité.

Ensuite, au cours de la 2<sup>ème</sup> phase, l'augmentation de la salinité est modérée mais continue de renforcer l'effet limitant de la pression osmotique, sauf que la production de colloïdes tend maintenant à diminuer et les EPS commencent donc à être plus dégradés par la digestion que produits, d'où une stabilité de la déshydratabilité, voir une augmentation (St-Etienne et Lyon). Cette dégradation n'est cependant pas suffisante pour atteindre les performances de déshydratation initiale.

Pour les essais de centrifugation (figure 51), la baisse de siccité est encore plus marquée : les boues perdent entre 1,5 et 2 points entre le point 0 issu des boues fraîches et la fin de la digestion. Cette diminution est cependant rapide pour des TSH atteignant 10-20 jours, puis à tendance à ralentir, voir se stabiliser (Lyon et Bourg en Bresse).

Sur les 2 figures, il est également à noter que les valeurs de siccités les plus hautes sont obtenues pour les boues ayant les concentrations en MS les plus élevées (St-Etienne) tandis que les valeurs les plus faibles sont obtenues avec les boues ayant les concentrations en MS les plus basses (Lyon), ce qui confirme les informations fournies par Camacho et prévot (2005) dans l'état de l'art (2.1.5 p17).

En comparant avec les mesures de CST sur les boues brutes (figure 47 p60), il est possible d'établir un lien entre certaines courbes, notamment pour Lyon où l'évolution du CST est en accord avec l'évolution de la siccité en CFT. De même pour Bourg en Bresse, le pic de CST obtenu à 10 jours puis sa stabilisation entraîne une diminution de la siccité (bien que cette diminution soit moindre comparée à l'augmentation du CST observée) puis une stabilisation de celle-ci. Le lien reste plus difficile à établir pour St-Etienne. De plus, le digestat ayant les valeurs de déshydratation les plus faibles (Lyon) correspond au digestat ayant les valeurs de CST les plus élevées, et inversement. Or, ce phénomène n'était pas observé pour les boues de stations analysées dans la partie précédente. Ces résultats mettent cependant en doute les possibilités d'utiliser la mesure de CST sur les boues non floculées comme indicateur de la déshydratabilité obtenue dans des conditions industrielles.

## 5.2.4 Qualité des filtrats issus de la CFT selon le TSH

La figure ci-dessous montre l'évolution de la concentration en ammonium dans le filtrat issu de la déshydratation en CFT, pour les 3 essais de digestion.

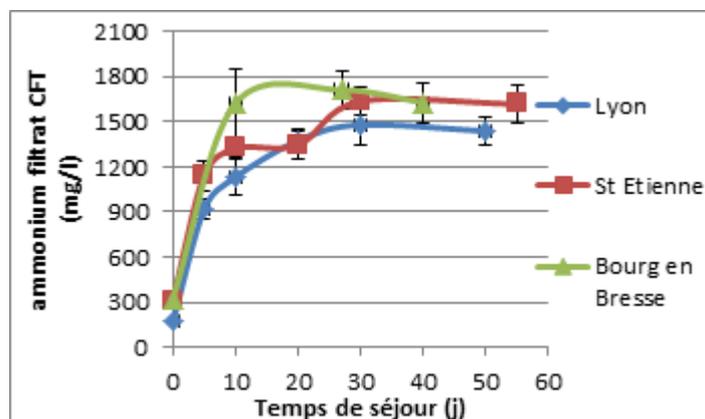


Figure 52 : évolution de la concentration en ammonium en fonction du TSH dans le filtrat issu de la CFT, pour les 3 digestats.

La concentration en ammonium dans les filtrats augmente rapidement pendant les 20 premiers jours de digestion environ, puis a tendance à se stabiliser, voire même légèrement diminuer (de manière non significative) entre 30 et 50 jours. La concentration finale aura alors été multipliée environ par 7 pour les 3 boues. Ceci confirme une forte ammonification au sein du digesteur anaérobie, et est en accord avec les analyses effectuées sur les boues de stations. Cette dernière est liée à l'hydrolyse et à l'acidogénèse des protéines qui a essentiellement lieu sur les 15 premiers jours de digestion. Dans les gammes de TSH industriellement réalistes (20 à 40 jours), l'impact de ce paramètre sur la concentration en ammonium dans le filtrat n'est pas significatif.

*Remarque : Au vue des faibles concentrations en orthophosphates qui avaient été mesurées dans les filtrats pour les boues de stations avant et après digestion industrielle, ces mesures n'ont donc pas été réalisées pour l'analyse de l'impact du TSH.*

## 5.2.5 Discussion opérationnelle

*Remarque : seuls les résultats pour les boues de Lyon seront présentés ici, les 2 autres stations présentant les mêmes caractéristiques.*

### ➤ Les consommations en agent de conditionnement

De même que dans la partie 5.1.5 de ce rapport, les consommations en  $\text{FeCl}_3$  et en polymère (solution commerciale) nécessaires pour le conditionnement de 100L de Bf et pour le volume de digestat correspondant selon le TSH ont été calculées. Les résultats avec les données de Lyon sont présentés dans les 2 figures ci-dessous.

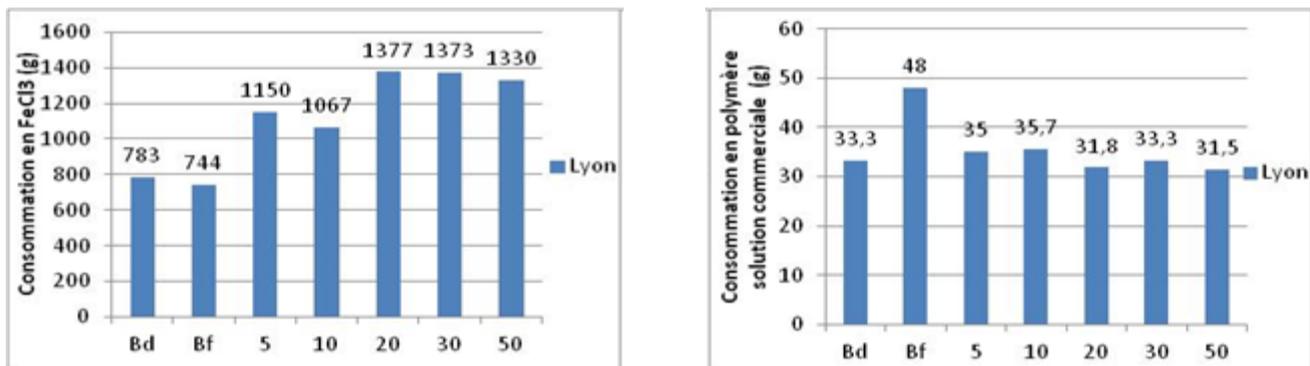


Figure 53 : évolution de la consommation en FeCl<sub>3</sub> (à gauche) et polymère (à droite) en fonction du TSH dans les digestats issus de Lyon, et la Bf et Bd de la station.

Globalement, pour n'importe quel TSH, la consommation nécessaire en polymère diminue de 30% en moyenne par rapport à des boues non digérées. Pour le FeCl<sub>3</sub>, la consommation augmente puis reste maximale à partir de 20 jours. Industriellement parlant donc, il semble ne pas y avoir d'avantages flagrants en termes de consommation en agents conditionnement à laisser les boues digérer pendant un TSH supérieur à 20 jours.

➤ Production de boues déshydratées

La figure ci-dessous présente les volumes de boues déshydratées (en CFT) issus des digestats selon les différents TSH, de la Bf (production fixée à 100L) et de la Bd provenant de la station :

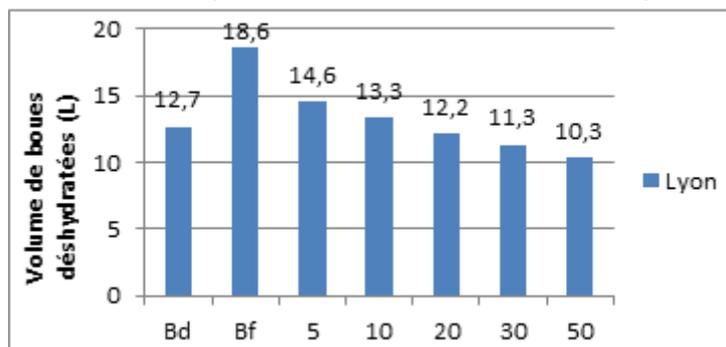


Figure 54 : Volume de boues déshydratées issus des digestats suivant le TSH.

Une diminution de la production de boues est observée quel que soit le TSH. Ainsi, l'impact négatif de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues n'est pas suffisant pour compenser la réduction de boues observée dans le digesteur. Cette figure montre également une diminution maximale du volume obtenue pour un TSH de la boue dans le digesteur entre 0 et 5 jours (réduction du volume d'environ 20%), puis une diminution plus lente mais régulière entre 5 et 30 jours (environ 10% tous les 10 jours), et enfin une diminution encore plus faible (5% tous les 10 jours). Ainsi, à partir de 30 jours, il peut être considéré que le TSH n'a pas d'impact significatif sur le volume de boues déshydratées.

➤ Les retours en tête

Les analyses chimiques issues du filtrat ont permis de déterminer les pourcentages qui représentent les charges de retours en tête par rapport à la charge d'entrée en azote. Les résultats sont présentés pour les boues de Lyon :

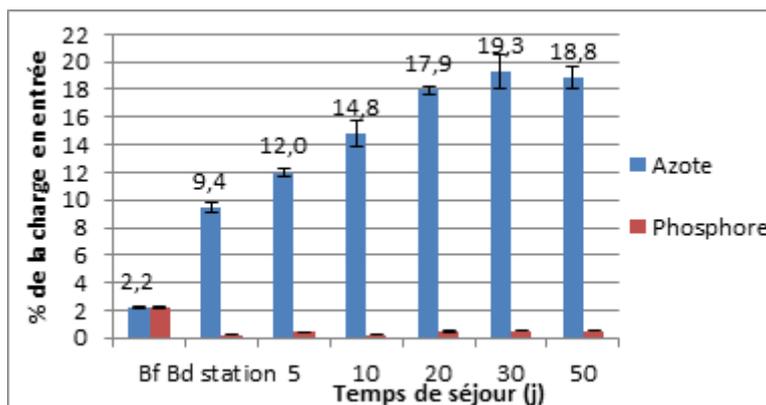


Figure 55 : % de la charge en entrée représentée par l'azote et le phosphore du filtrat issus de la déshydratation en CFT pour la boue de Lyon.

Cette figure montre que pour des TSH couramment observées sur les stations (20-30 jours) la charge en azote représentée par les retours en têtes est importante (presque 20% de la charge en entrée). Celle-ci augmente ainsi progressivement tout au long de la digestion, avec l'augmentation de la teneur en ammonium dans le filtrat. Au-delà de 30 jours, l'impact du TSH n'est plus significatif.

Ces valeurs sont plus importantes que celles obtenues dans le chapitre 4. Ceci peut être expliqué par une digestion non optimale sur la station de Lyon, comme l'indique les taux de dégradation des MV observés.

### 5.3 Etude de l'impact des ratios BP/BS sur la digestion

Cette étude ne pourra pas être présentée dans ce rapport. En effet, durant les essais digestion, un ralentissement anormal de la production de biogaz pour le ratio contenant 70% de boues primaires (R2) a été constaté (figure ci-dessous). Les boues primaires ayant un pH initial relativement bas (<6), leur ajout en grande quantité a fait baisser la valeur initiale du pH dans le digesteur par rapport aux 2 autres ratios. Aussi, avec la production d'acides pendant la digestion, le pH a encore plus diminué, ce qui a entraîné le ralentissement de la digestion. Cependant, la production de gaz a redémarré après 25 jours de digestion. Le choix a donc été d'attendre la stabilisation de ces courbes avant d'extraire les réacteurs de l'étuve.

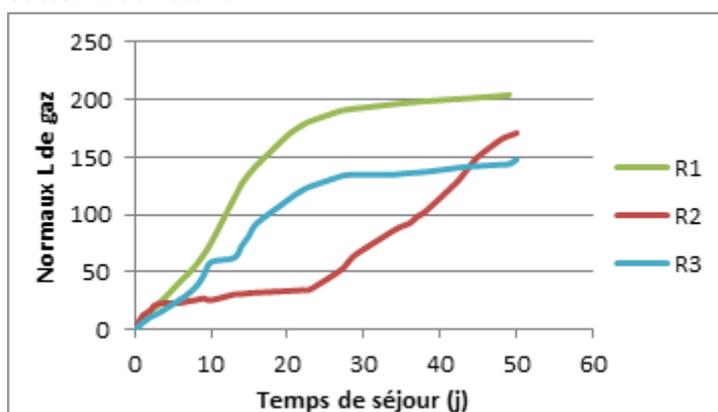


Figure 56 : évolution de la production de gaz des 3 réacteurs batch pour l'analyse de l'impact du ratio BP/BS sur la digestion.

## 5.4 Etude de l'impact de l'ajout de différents co-substrats dans les boues destinées à la digestion anaérobie

Au cours de cette étude, 3 co-substrats, à savoir de la graisse issue du traitement des eaux usées de la STEP de St-Etienne, des déchets de cantine, et de la tonte de pelouse ont été ajoutés à des boues mixtes, puis mis en digestion dans 3 réacteurs batch durant une période totale de 34 jours. Un réacteur témoin digérant uniquement des boues mixtes a également été mis en place. A la fin de la digestion, les 4 digestats obtenus ont été analysés, en termes de caractéristiques globales, de conditionnement, de déshydratabilité, et de retours en tête, afin d'observer des différences de comportements, et d'en déduire leurs impacts respectifs sur l'ensemble de la digestion.

Remarques :

- Au cours de l'essai, la digestion dans le réacteur contenant le co-substrat « déchets de cantine » n'a pu démarrer en raison d'un problème de pH trop bas dans le réacteur (accumulation d'acide en début de digestion), ce qui a provoqué l'arrêt du processus. Ce fait a pu être constaté grâce à l'observation de la production de biogaz, qui n'a quasiment pas évolué durant toute la durée de la digestion. Les résultats pour ce co-substrat ne seront donc pas présentés ici.

- Le mélange initial boue fraîche + co-substrat sera nommé dans cette partie Bini, et le digestat obtenu en sortie de digestion sera nommé B-34j.

### 5.4.1 Impact de l'ajout de co-substrats sur les propriétés globales des boues.

➤ Concentrations en MS, MV et taux d'abattement des MV entre les Bini et les digestats.

Les Figures 57 et 58 permettent de constater une baisse de la concentration en MS et MV entre le mélange initial et la fin de la digestion anaérobie. La diminution la plus importante est observée pour le co-substrat « tonte de pelouse » avec une réduction de 34% de la teneur en MS.

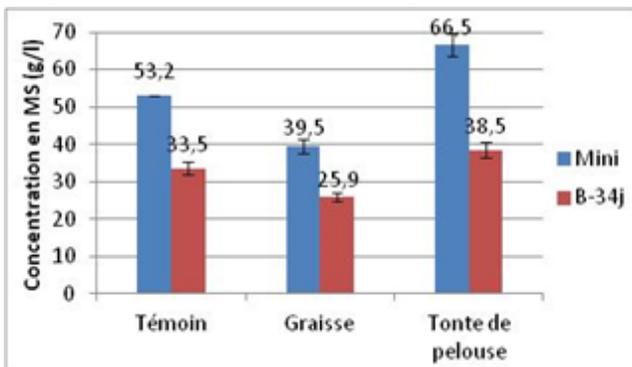


Figure 57 : concentrations en MS dans le mélange initial Bf + co-substrats, et dans le digestat correspondant en fin de digestion.

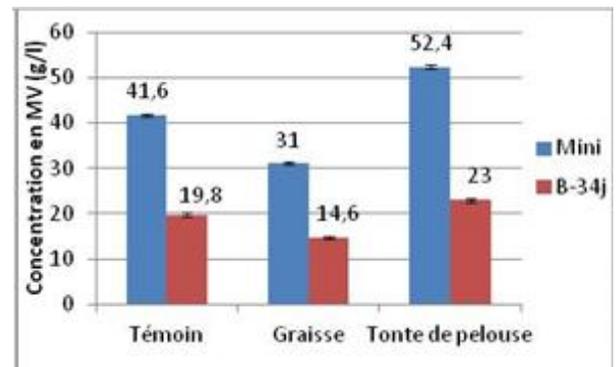


Figure 58 : concentrations en MV dans le mélange initial Bf + co-substrats, et dans le digestat correspondant en fin de digestion.

La figure ci-dessous présente le taux d'abattement des MV pour les 3 réacteurs :

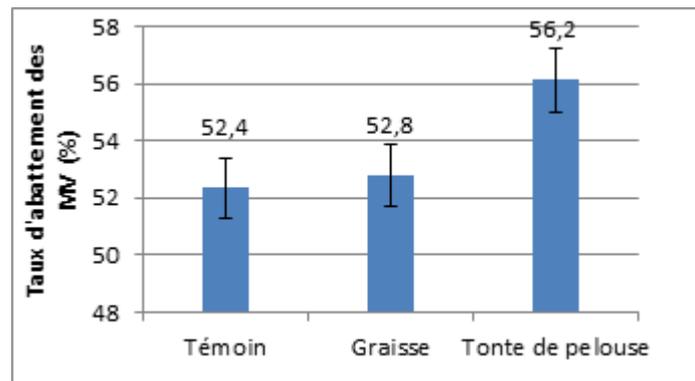


Figure 59 : Taux d'abattement des MV selon les 3 types de mélanges introduits dans les digesteurs.

D'après cette figure, c'est l'ajout du co-substrat tonte de pelouse qui a permis d'obtenir le meilleur taux d'abattement des MV au cours de la digestion. Les taux d'abattements pour le réacteur témoin et la graisse sont quant à eux sensiblement identiques. L'ajout de graisse semble donc ne pas avoir eu d'impact sur la dégradation finale des MV.

#### 5.4.2 Impact de l'ajout des co-substrats sur le conditionnement.

Le tableau ci-dessous répertorie les doses de  $FeCl_3$  et de polymère optimales déterminé pour le conditionnement des 3 digestats. Les boues fraîches provenant de St-Etienne, la valeur cible de CST choisit était donc de 40s. De même, le polymère testé était le même que celui utilisé pour le conditionnement des boues de St-Etienne lors de l'étude de l'impact du TSH, à savoir le 640hib.

Tableau 9 : doses de  $FeCl_3$  et de polymère choisies pour le conditionnement selon le digestat.

| Digestat                                       | Témoign | Graisse | Tonte de pelouse |
|------------------------------------------------|---------|---------|------------------|
| <b>Dose optimale <math>FeCl_3</math> (%MS)</b> | 22      | 21      | 24               |
| <b>Dose optimale 640hib (gMA/kgMS)</b>         | 7       | 8       | 6                |

D'après ces résultats, les variations de doses de  $FeCl_3$  ne sont pas vraiment significatives. Pour le polymère, l'ajout de co-substrat impacte la dose optimale, mais cet impact ne semble pas lié à l'évolution de la conductivité (cf figure 80 annexe 8), contrairement aux résultats obtenus dans les parties précédentes de ce rapport. Il est donc peut être lié à des différences de densité de charge dans les boues digérées issus de boues seules ou des co-substrats. De plus, pour les graisses, des molécules lipidiques hydrophobes ont pu venir s'adsorber sur les floccs, rendant la floculation plus difficile.

*Remarque : l'ensemble des doses de  $FeCl_3$  et polymère utilisées pour le conditionnement des 3 digestats regroupé dans le tableau en annexe 7.*

### 5.4.3 Impact de l'ajout de co-substrat dans les digesteurs sur la déshydratabilité des boues.

Les figures 60 et 61 montrent les siccités finales des 3 digestats obtenues après déshydratation en CFT et centrifugeuse.

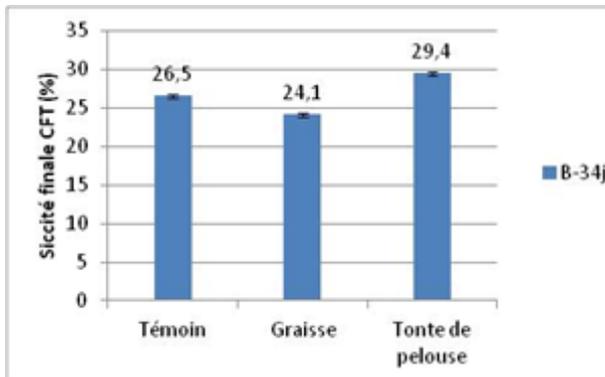


Figure 60 : siccités obtenues en CFT pour les 3 digestats.

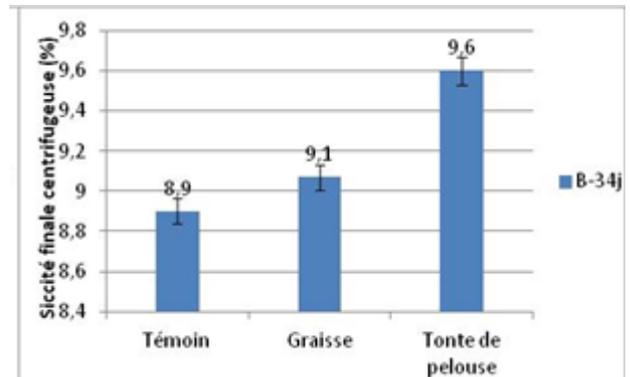


Figure 61 : siccités obtenues en centrifugeuse pour les 3 digestats.

Ainsi, la siccité la plus haute est obtenue pour le digestat du réacteur auquel avait été ajoutée la tonte de pelouse, avec une valeur de 29,4 %. Le réacteur témoin présente quant à lui 3 points de siccité en moins, avec 26,5%. Enfin, le réacteur avec l'ajout de graisse présente la siccité la plus faible avec 24,1 %. Des différences de siccité notables sont donc observées pour la CFT selon le digestat analysé.

D'une part, l'ajout de tonte de pelouse a un impact bénéfique sur la déshydratabilité des boues, avec un gain de 3 points de siccité par rapport à des boues digérées seules. Cela peut être dû aux fibres ajoutées non biodégradables qui ont pu créer des chemins préférentiels au sein du gâteau, facilitant alors la déshydratation. D'autre part, l'impact négatif des graisses (2,5 points de moins que le réacteur témoin) pourrait s'expliquer en partie par la présence de constituants gras hydrophobes non biodégradés au cours de la digestion, qui viendraient former un film imperméable autour des floccs de boues, limitant ainsi la capacité de cette dernière à se déshydrater. Néanmoins, il faut également prendre en compte le fait que le digestat obtenu pour les graisses était initialement beaucoup moins concentré en MS que les 2 autres digestats, et ce à cause de l'ajout de graisse fortement diluée. Il est donc difficile de dire si cet effet négatif est lié réellement aux graisses, ou bien à la dilution des boues.

Concernant les essais en centrifugeuse, c'est encore une fois le réacteur avec le co-substrat tonte de pelouse qui présente la valeur la plus forte (96,2 g/l), tandis que cette fois-ci, à l'inverse de la CFT, le digestat avec de la graisse présente une meilleure siccité que le réacteur témoin.

#### 5.4.4 Qualité du filtrat issus de la CFT, selon le co-substrat ajouté

La concentration en ammonium du filtrat issu de la CFT a été mesurée pour les 3 digestats. Les résultats sont présentés dans la figure ci-dessous :

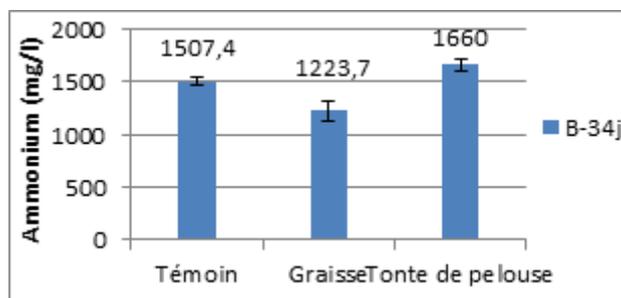


Figure 62 : concentrations en ammonium mesurée sur les 3 digestats, pour l'étude de l'impact de l'ajout de co-substrat.

Le digestat « tonte de pelouse » présente la concentration la plus forte, avec une augmentation de 9% par rapport à des boues digérées seules, tandis que le co-substrat graisse entraîne une diminution de près de 20% de la concentration. Ainsi, le co-substrat « tonte de pelouse » dégrade la qualité du filtrat et donc les retours en tête, ce qui aura pour conséquence une augmentation de la charge en azote à traiter en entrée de STEP.

## 6 Conclusion générale

Le travail réalisé au cours de ces 6 mois de stage sur l'impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues résiduaires en filtre presse met en lumière les nombreuses contraintes associées aux approches expérimentales. En effet, la réalisation des essais de digestion en laboratoire, mais aussi les tests effectués sur les boues de stations d'épuration présentent des contraintes à la fois techniques (problème de fuites de gaz, de pH, dysfonctionnement des compteurs, manque parfois de matériel...), pratiques et organisationnelles (organisation du travail en fonction des différentes analyses, lancement et suivi des essais de digestion, organisation pour les prélèvements des boues sur les stations...), qui requièrent un travail important et nécessitent de trouver des solutions rapides et efficaces en toutes circonstances. Ces nombreuses contraintes ont également entraîné un retard dans le planning initial du stage, et ont forcé le décalage des différents essais prévu à de nombreuses reprises. De plus, en raison du nombre important de paramètres analysés, et de la complexité du sujet traité, l'interprétation des résultats nécessite une prise de recul importante afin de relier l'ensemble des informations entre elles.

En tout premier constat, les analyses sur les boues avant et après digestion anaérobie industrielle, et les essais de digestion en laboratoire permettent d'observer qu'en raison du fonctionnement propre aux digesteurs industriels, ces derniers offrent rarement une digestion optimale de leurs boues, et leur capacité à biodégrader la MV est donc souvent inférieure à celle obtenue dans les réacteurs batch expérimentaux.

Ensuite, ces analyses permettent respectivement, de donner des éléments de réponse quant à la compréhension de l'impact de la digestion anaérobie sur les performances de déshydratabilité des boues (en termes de siccité finale, de conditionnement, de retours en tête...), mais aussi de déterminer de quelle manière les paramètres de la digestion (temps de séjour, ratio boue primaire/boue secondaire, co-substrat) modulent cet impact.

Ainsi, d'une part, la digestion anaérobie entraîne une hausse des doses optimales de chlorure ferrique et de polymère nécessaires au conditionnement des boues digérées, par rapport à des boues non digérées. Couplé à cela, l'analyse de l'impact du temps de séjour a permis de constater que ces doses augmentaient fortement sur les 20-30 premiers jours de digestion pour les 2 réactifs, puis se stabilisaient par la suite. D'autre part, la digestion entraîne également une dégradation de la qualité chimique du filtrat en termes de concentrations en azote ammoniacal (entre 700 et 1200mg/l pour les boues digérées contre 150 et 400 mg/l pour les boues non-digérées). Cette dégradation va ainsi générer une augmentation de la charge totale en azote à traiter en entrée de station (moyenne de 9,4% pour les boues digérées contre 2,8% pour les boues non-digérées). L'évaluation de l'impact du temps de séjour a quant à elle permis de constater que cette charge liée aux retours en têtes augmentait progressivement pour des temps de séjour inférieurs à 30 jours, puis se stabilisait pour des temps de séjour supérieurs, avec des valeurs finales cependant bien plus importantes que celles calculées sur les boues de stations (surcharge en azote d'environ 20%).

Enfin, la digestion anaérobie diminue l'aptitude à la déshydratation des boues, avec des siccités finales observées en CFT inférieures à celles des boues non digérées (moyenne de 27,5% observée sur les boues non digérées contre 25,6% sur les boues digérées). Cette diminution reste cependant modérée. L'évaluation de l'impact du temps de séjour montre que cette baisse de siccité est toujours observée en début de digestion, jusqu'à des temps de séjour plus ou moins long selon la boue testée (ici entre 10 et 30 jours), puis, cette période passée, les valeurs de siccité ont tendances à

s'améliorer, sans pour autant atteindre les performances de déshydratation initiale des boues non digérées (valeur moyenne finale des digestats de 23,5%).

Cependant, ces impacts peuvent être reliés à d'autres facteurs à prendre en compte, permettant ainsi de relativiser les résultats obtenus ci-dessus.

En effet, bien que la digestion impacte négativement la siccité finale des boues, cet effet négatif est compensé par la réduction importante des volumes de boues déshydratées engendrée par la digestion (réduction moyenne de 40%). L'étude suivant le temps de séjour montre de plus que cette réduction de volume est maximale sur les 5 premiers jours de la digestion, puis ce paramètre ne présente plus d'impact significatif à partir de 30 jours.

D'autre part pour le conditionnement, l'augmentation des doses optimales est compensée par la réduction des quantités de polymères consommés (en lien avec la diminution des volumes de boues digérées par rapport aux volumes de boues non digérées correspondants), permettant ainsi d'obtenir une économie significative sur les coûts associés aux achats d'agents de conditionnement quand une digestion est mise en œuvre. Au final donc, l'impact de la digestion anaérobie sur le conditionnement est bénéfique.

Finalement, des résultats de cette étude sont nés des questions supplémentaires, qui nécessiteraient pour y répondre des voies d'approfondissement permettant ainsi d'améliorer les connaissances sur le sujet traité. En effet, dans cette étude, seul l'impact sur la déshydratation par les procédés de filtration a été analysé. Or, les centrifugeuses étant les premiers procédés de déshydratation utilisés sur les stations en France, il serait intéressant d'évaluer cette fois-ci l'impact de la digestion sur ce procédé. Cette étude reste cependant difficile à réaliser en laboratoire, car elle nécessite d'effectuer des essais sur des prototypes industriels. De même, l'état de l'art a permis de mettre en évidence le rôle important des EPS sur la déshydratation, et les divergences d'analyses qui leurs sont associées. Aussi, une étude permettant en même temps de suivre l'évolution des EPS au cours de la digestion et de la relier à un suivi de la déshydratabilité (comme réalisée dans cette étude) permettrait de mieux comprendre certains phénomènes et de clarifier les informations contradictoires.

Pour l'étude sur les co-substrats, celle-ci montre que les voies d'optimisation de la digestion anaérobie impactent de manière plus importante les performances de déshydratation (variations de siccités importantes) que les paramètres de fonctionnement. Ainsi, une étude plus complète sur l'impact des co-substrats et des prétraitements pourrait être réalisée (variation des quantités introduites, nombre de co-substrat étudié plus important...). Cependant, cette analyse devrait être faite à l'échelle systémique, afin de prendre en compte l'ensemble des impacts associés aux performances de déshydratation. Aussi, une approche expérimentale en laboratoire (comme réalisée dans ce rapport), couplée à une évaluation environnementale comparative via une analyse du cycle de vie pourrait répondre à cette attente.

## Bibliographie

APPELS L, BAEYENS J, DEGRÈVE J, DEWIL R. 2008. *Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge* [en ligne]. Journal Progress in Energy and Combustion Science. Volume 34, n°6. <<http://dx.doi.org/10.1016/j.peccs.2008.06.002>>. Pages 755-781.

BARBER W.P. 2005. *The effects of improving sewage sludge digestion* [en ligne]. Journal of the Chartered Institution of Water and Environmental Management. Volume 19, n°3. <<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1747-6593.2005.tb01589.x/abstract>>. Pages 214-224.

BITTON G. 2005. *Wastewater microbiology - Third edition*. Wiley Series in Ecological and Applied Microbiology. Edition Ralph Mitchell. Disponible sur academia.edu. 746p.

BRUUS Jacob H, CHRISTENSEN Jimmy R, RASMUSSEN Hanne. 1993. *Anaerobic storage of activated sludge: effect on conditioning and dewatering performance* [en ligne]. Environmental Engineering Laboratory. Volume 28, n°1. <<http://www.iwaponline.com/wst/02801/wst028010109.htm>>. Pages 109-116.

BURA R, CHEUNG M, LIAO B, FINLAYSON J, LEE B.C, DROPPA I.G, LEPPARD G.G, LISS S.N. 1998. *Composition of extracellular polymeric substances in the activated sludge floc matrix* [en ligne]. Water science and technology. volume 37, n°4-5. <[http://dx.doi.org/10.1016/S0273-1223\(98\)00125-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0273-1223(98)00125-5)>. pages 325-333.

CAMACHO P, PREVOT C, 2005. *Memento technique de l'eau, 10<sup>ème</sup> édition*. Edition Lavoisier. Chapitre 9, la méthanisation des boues, p205-232.

CHEN Y, JIANG S, YUAN H, ZHOU Q, GU G. 2007. *Hydrolysis and acidification of waste activated sludge at different pHs* [en ligne]. Water Research. Volume 41, <<http://dx.doi.org/10.1016/j.watres.2006.07.030>>. Pages 683-689.

DIGNAC M-F, URBAIN V, RYBACKI D, BRUCHET A, SNIDARO D, SCRIBE P. 1998. *Chemical description of extracellular polymers: Implication on activated sludge floc structure* [en ligne]. Water science and technology. Volume 38, n°8-9. <[http://dx.doi.org/10.1016/S0273-1223\(98\)00676-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0273-1223(98)00676-3)>. Pages 45-53.

FROLUND B, PALMGREN R, KEIDING K, NIELSEN P.H. 1996. *Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin* [en ligne]. Water research. Volume 30, n°8. <[http://dx.doi.org/10.1016/0043-1354\(95\)00323-1](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1354(95)00323-1)>. Pages 1749-1758.

GERARDI H. 2003. *The microbiology of anaerobic digesters*, John Wiley & Sons Inc. ISBN 0-471-20693-8. Disponible sur wiley online library. 9p.

GIRAULT R, BRIDOUX G, NAULEAU F, POUILLAIN C, BUFET J, PEU P, BELINE F, (2012), *Anaerobic co-digestion of waste activated sludge and greasy sludge from flotation process: Batch versus CSTR experiments to investigate optimal design*, Bioresource Technology, n°105, p 1-8.

GIRAULT R, TOSONI J, REVERDY A-L, RICHARD M, BAUDEZ J-C, 2014. *Déshydratation mécanique des boues d'épuration - Etat des lieux des filières en France métropolitaine*, rapport interne IRSTEA pour l'ONEMA, thème 5 l'eau en espace urbanisé – action F, 54p.

GRIMAUD L, 1996, *la valorisation des boues de station d'épuration en agriculture : la valeur azotée des boues d'épuration*, [en ligne], Mémoire D.U. "Eau et Environnement", D.E.P., université de Picardie, Amiens, 44 pages.

HIGGINS M.J, NOVAK J.T, 1997, *The effects of cations on the settling and dewatering of activated sludge: laboratory results* (en ligne), *Water environment research*, volume 69, n°2, <<http://dx.doi.org/10.2175/106143097X125371>>pages 215-224.

HOUGHTON J.I, QUARMBY J, STEPHENSEN T, 2000, *the impact of digestion on sludge dewaterability* [en ligne], *School of water sciences, Cranfield University, England*, Volume 78, n°2, publié par : Institution of Chemical Engineers, <<http://dx.doi.org/10.1205/095758200530547>>, pages 153-159.

IRSTEA - Institut national de Recherche en Sciences et Technologies pour l'Environnement et l'Agriculture, 2012, REVERDY A-L, BAUDEZ J-C, DIEUDÉ-FAUVEL E, *étude de l'impact de la digestion anaérobie sur les performances épuratoires d'une STEU* [en ligne], rapport final -Thème 12.5.1- Techniques de réduction des pollutions – Action n°110, <[http://cemadoc.irstea.fr/exl-ph/p/docs/PUB\\_DOC/36310/2013/cm2013-pub00039815 PDF.txt](http://cemadoc.irstea.fr/exl-ph/p/docs/PUB_DOC/36310/2013/cm2013-pub00039815 PDF.txt)> 54p.

JIN B, WILEN B.M, LANT P, 2003, *A comprehensive insight into floc characteristics and their impact on compressibility and settleability of activated sludge* [en ligne], *Chemical Engineering Journal*, volume 95, n°1 à 3 , <[http://dx.doi.org/10.1016/S1385-8947\(03\)00108-6](http://dx.doi.org/10.1016/S1385-8947(03)00108-6)>, pages 221-234.

JIN B, WILEN B.M, LANT P, 2004, *Impacts of morphological, physical and chemical properties of sludge flocs on dewaterability of activated sludge*, *chemical engineering journal*, volume 98, n°1-2, <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2003.05.002>>, page 115-126.

JORAND F, GUICHERD P, URBAIN V, BLOCK J.C, 1994, *Hydrophobicity of activated sludge flocs and laboratory-growth bacteria* [en ligne], *Water science and technology*, volume 30, n°11, disponible sur <<http://www.iwaponline.com/>>, pages 211-218.

JORAND F, BOUÉ-BIGNE F, BLOCK J.C, URBAIN V, 1998, *hydrophobic/hydrophilic properties of activated sludge exopolymeric substances* [en ligne], volume 37, n°4-5, <[http://dx.doi.org/10.1016/S0273-1223\(98\)00123-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0273-1223(98)00123-1)>, pages 307-315.

KANG S-M, KISHIMOTO M, SHIOYA S, YOSHIDA T, SUGA K-I, TAGUCHI H, 1989, *dewatering characteristics of activated sludge exopolymeric substances (en ligne)*, *Water science and technology*, volume 68, n°4-5, <[http://dx.doi.org/10.1016/0922-338X\(89\)90059-7](http://dx.doi.org/10.1016/0922-338X(89)90059-7)>, pages 117-122.

KARR P.R, KEINATH T.M, 1978, *Influence of particle size on sludge dewatering*, *Journal water pollution control federation*, volume 50, n°8, disponible sur <<http://www.jstor.org/stable/25040372> .>, pages 1911-1930.

KATSIRIS N, KOUZELI-KATSERI A, 1987, *Bound water content of biological sludges in relation to filtration and dewatering* [en ligne], *Water research*, volume 21, n°11, <[http://dx.doi.org/10.1016/0043-1354\(87\)90004-2](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1354(87)90004-2)>, pages 1319-1327.

KEIDING K, WYBRANDT L, NIELSEN P, 2001, *Remember the water – a comment on EPS colligative properties*, *Water science and technology*, volume 43, n°6, pages 17-23.

LI D-H, GANCZARZYK J.J, 1990, *Structure of activated sludge flocs* [en ligne], Biotechnology and bioengineering, volume 35, n°1, <<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/bit.260350109/pdf>>, p57-65.

MERDJAN T, 2014, *Caractérisation et modélisation descriptive de la distribution de l'eau au cours de la déshydratation mécanique de boues activées en cellule de filtration tangentielle*, Rapport de travail de fin d'études en vue de l'obtention du grade d'ingénieur civil en Chimie et Sciences des Matériaux, université de Liège, 130p.

MIKKELSEN L.H, KEIDING K, 2002, *Physico-chemical characteristics of full scale sewage sludges with implication to dewatering* [en ligne], Water research, volume 36, n°2002, <[http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1354\(01\)00477-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1354(01)00477-8)>, pages 2451-2462.

MORGAN J.W, FORSTER C.F, EVISON L, 1990, *a comparative study of the nature of biopolymers extracted from anaerobic and activated sludges* [en ligne], Water research, volume 24, n°6, <[http://dx.doi.org/10.1016/0043-1354\(90\)90030-A](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1354(90)90030-A)>, pages 743-750.

MOWLA D, TRAN H.N, GRANT Allen D, 2013, *A review of the properties of biosludge and its relevance to enhanced dewatering processes* [en ligne], publié par : Elsevier limited dans le journal "biomass and bioenergy", volume 58, <<http://dx.doi.org/10.1016/j.biombioe.2013.09.002>> pages 365-378.

MURTHY S.N, NOVAK J.T, 1999, *Factors affecting floc properties during aerobic digestion: implications for dewatering* [en ligne], Water environment research, volume 71, n°2, <<http://dx.doi.org/10.2175/106143098X121879>>, pages 275-293.

NEYENS E, BAEYENS J, WEEMAES M, DE HEYDER B, 2003, *Hot acid hydrolysis as a potential treatment of thickened sewage sludge* [en ligne], Journal of hazardous materials, >, volume 98, n°1 à 3, <[http://dx.doi.org/10.1016/S0304-3894\(03\)00002-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0304-3894(03)00002-5)>, pages 275-293.

NIELSEN P.H, JAHN A, PALMGREN R, 1997, *Conceptual model for production of exopolymers in biofilms* [en ligne], water science and technology, volume 44, n°10, <[http://dx.doi.org/10.1016/S0273-1223\(97\)00318-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0273-1223(97)00318-1)>, pages 209-213.

NOVAK J.T, MULLER C.D, MURTHY S.N, 2001, *Floc structure and the role of cations* [en ligne], Water science and technology, volume 44, n°10, disponible sur <<http://www.iwaponline.com>>, pages 209-213.

NOVAK J.T, SADLER M.E, MURTHY S.N, 2003, *Mechanisms of floc destruction during anaerobic and aerobic digestion and the effect on conditioning and dewatering of biosolids* [en ligne], publié par : Elsevier Limited, water research journal, Volume 37, n°13, <[http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1354\(03\)00171-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1354(03)00171-4)>, Pages 3136-3144.

OLIVIER J, VAXELAIRE J, GINISTY P, 2004, *Gravity drainage of activated sludge: from laboratory experiments to industrial process*, journal of Chemical Technology and Biotechnology, volume 79, n°5, pages 461-467.

OLIVIER J, GINISTY P, VAXELAIRE J, LAFITTE V, 2012, *correlation between floc characteristics and drainability properties: how to define a good flocculation*, 11th World Filtration Congress, WTC 2012, Session L-14 Pretreatment, Graz (Austria).

PONSA S, GEA T, SANCHEZ A, 2011, *Anaerobic co-digestion of the organic fraction of municipal solid waste with several pure organic co-substrates*, Biosystems Engineering, volume 108, n°4, <<http://dx.doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2011.01.007>>, pages 352-360.

RAYNAUD Mickaël, 2010, *Couplage de caractérisation mécanique et physico-chimique en vue d'analyser les limites de la déshydratation mécanique des boues résiduaires urbaines*, mémoire de thèse, université de Pau et des pays de l'Adour, docteur en génie des procédés, IRSTEA, 210p.

R. EI KHATIB, GIRAULT R, POURCHER A.M, BRIDOUX G, BÉLINE F, POUILLAIN C, 2013, *optimisation et intégration de la co-digestion anaérobie des boues de STEP et de graisses dans la filière globale d'épuration*, rapport final d'IRSTEA pour la SAUR, 121p.

SANIN D, VESILIND P.A, 2000, *Bioflocculation of activated sludge: the role of calcium ions and extracellular polymers*, Environment and technology, volume 21, n°12, <<http://dx.doi.org/10.1080/09593332208618170D>>, pages 1405-1412.

SHAO L, PEIPEI He P, YU G, 2009, *Effect of proteins, polysaccharides, and particle sizes on sludge dewaterability* [en ligne], Journal of environmental Science, volume 21, n°1, <[http://dx.doi.org/10.1016/S1001-0742\(09\)60015-2](http://dx.doi.org/10.1016/S1001-0742(09)60015-2)>, pages 83-88.

SOBECK D.C, HIGGINS M.J, 2002, *Examination of three theories for mechanisms of cation-induced bioflocculation*, water research, volume 26, n°33, <[http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1354\(01\)00254-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1354(01)00254-8)>pages 527-538.

SOLAGRO, 2001 - COUTURIER Christian, BERGER Sylvain, MEIFFREN Isabelle, *la digestion anaérobie des boues urbaines, état des lieux, état de l'art*, (page de site internet), coédition agence de l'eau Adour-Garonne et SOLAGRO, <<http://solagro.org/site/325.html>>, 36p.

URBAIN V, 1992, *caractérisation physico-chimique des boues actives en relation avec leurs propriétés de décantation*. Thèse de doctorat, Université Henry Poincaré (Nancy I).

URBAIN V, BLOCK J.C, MANEM J, 1993, *Bioflocculation in activated sludge: an analytic* [en ligne], Water research, volume 27, n°5, <[http://dx.doi.org/10.1016/0043-1354\(93\)90147-A](http://dx.doi.org/10.1016/0043-1354(93)90147-A)>, pages 829-838.

VLYSSIDES A.G, KARLIS P K, 2004, *Thermal-alkaline solubilisation of waste activated sludge as a pre-treatment* [en ligne], bioressource technology, volume 91, n°2, <[http://dx.doi.org/10.1016/S0960-8524\(03\)00176-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0960-8524(03)00176-7)>, pages 201-206.

WIGENDER J, NEU T.R, FLEMMING H.C, 1999, *microbial extracellular polymeric substances: characterisation, structure and function*, Berlin: Springer, ISBN 978-3-642-60147-7, 123p.

WILEN B.M, JIN B, LANT P, 2003, *The influence of key chemical constituents in activated sludge on surface and flocculating properties* [en ligne], Water research, volume 37, n°9, <[http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1354\(02\)00629-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1354(02)00629-2)>, pages 2127-2139.

WU Y.C, SMITH Ed d, NOVAK R, 1982, *Filterability of activated sludge in response to growth conditions*, Journal of water pollution control federation, <<http://www.jstor.org/stable/25041343>>, volume 54, pages 446-456.

YE F, LIU X, LI Y, 2014, *Extracellular polymeric substances and dewaterability of waste activated sludge during anaerobic digestion* [en ligne], *Water science and technology*, <<http://dx.doi.org/10.2166/wst.2014.401>>, volume 70, n°9, pages 1555-1560.

VAXELAIRE J, CEZAC P, 2004, *Moisture distribution in activated sludges: a review*, *Water Research*, n°38, pages 2215-2230.

ZHEN G.X, LU B, WANG Y, ZHAO X, CHAI D, NIU A, ZHAO Y, LI Y, CAO X, 2012, *Synergetic pretreatment of waste activated sludge by Fe(II)-activated persulfate oxidation under mild temperature for enhanced dewaterability*. *Bioresource Technology*, n°124, pages 29-36.

## Annexes

### Annexe 1 : schéma de principe d'un digesteur anaérobie industriel (extrait de Solagro, 2001).

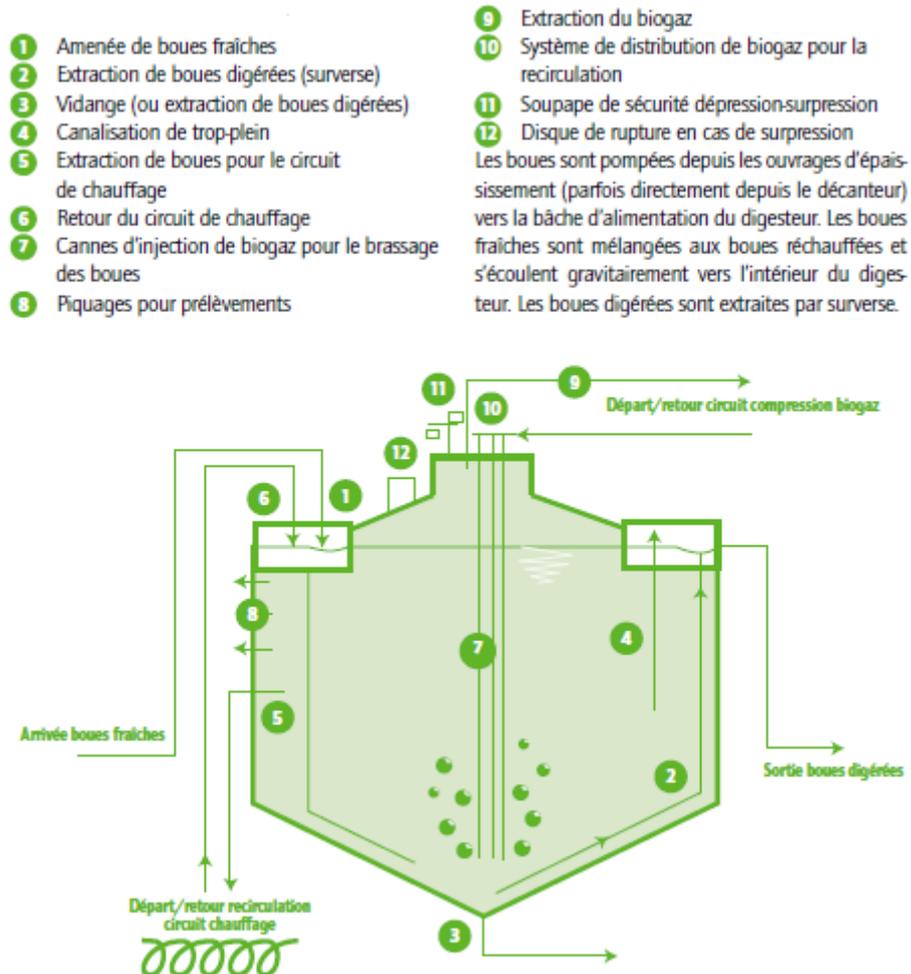


Figure 63 : schéma de principe d'un digesteur anaérobie industriel, extrait de Solagro (2001).

**Annexe 2 : représentation schématique des filières de traitement des boues des 3 stations étudiées**

**STEP La Feyssine, Lyon**

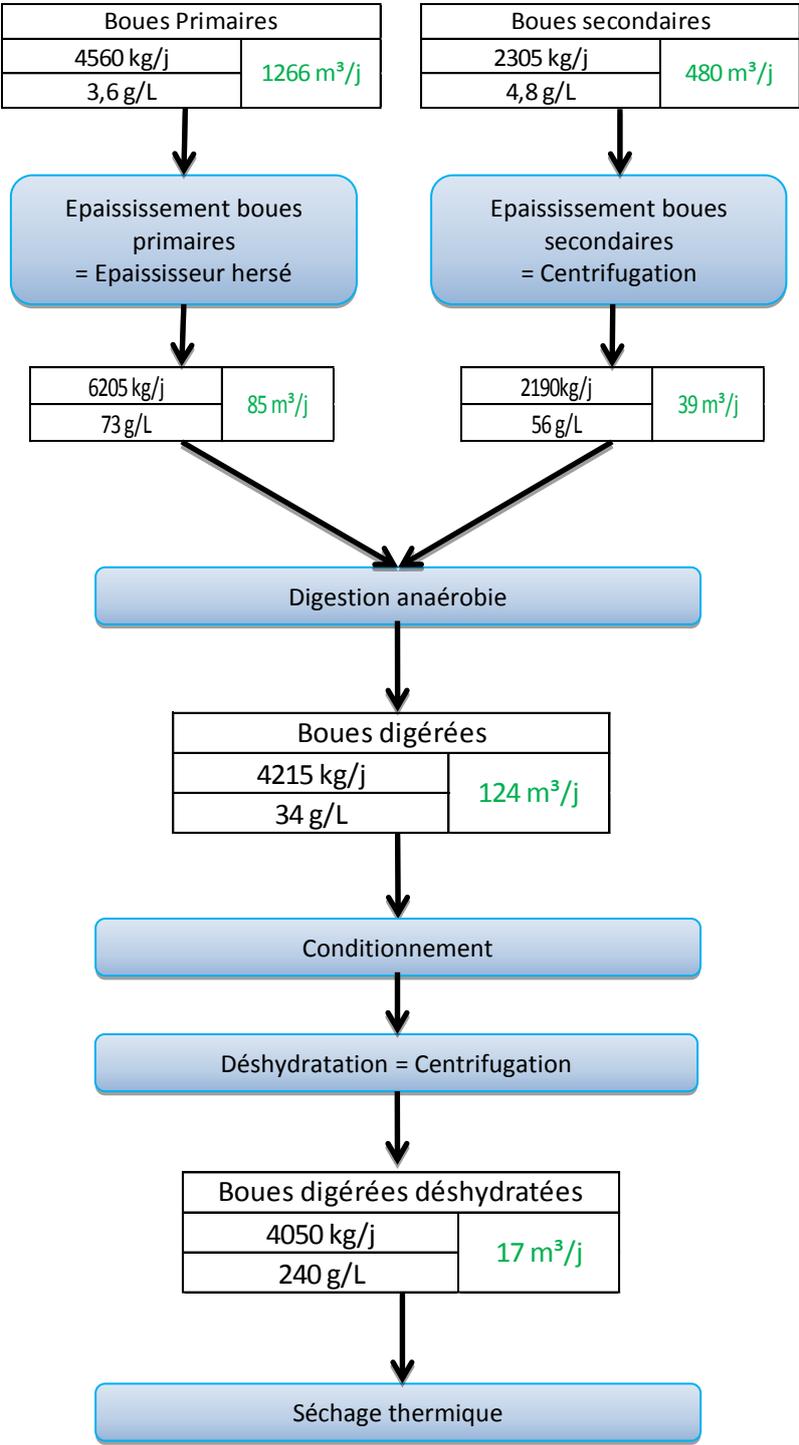


Figure 64 : filière de traitement des boues de la STEP de Lyon.

## STEP Furania, St-Etienne

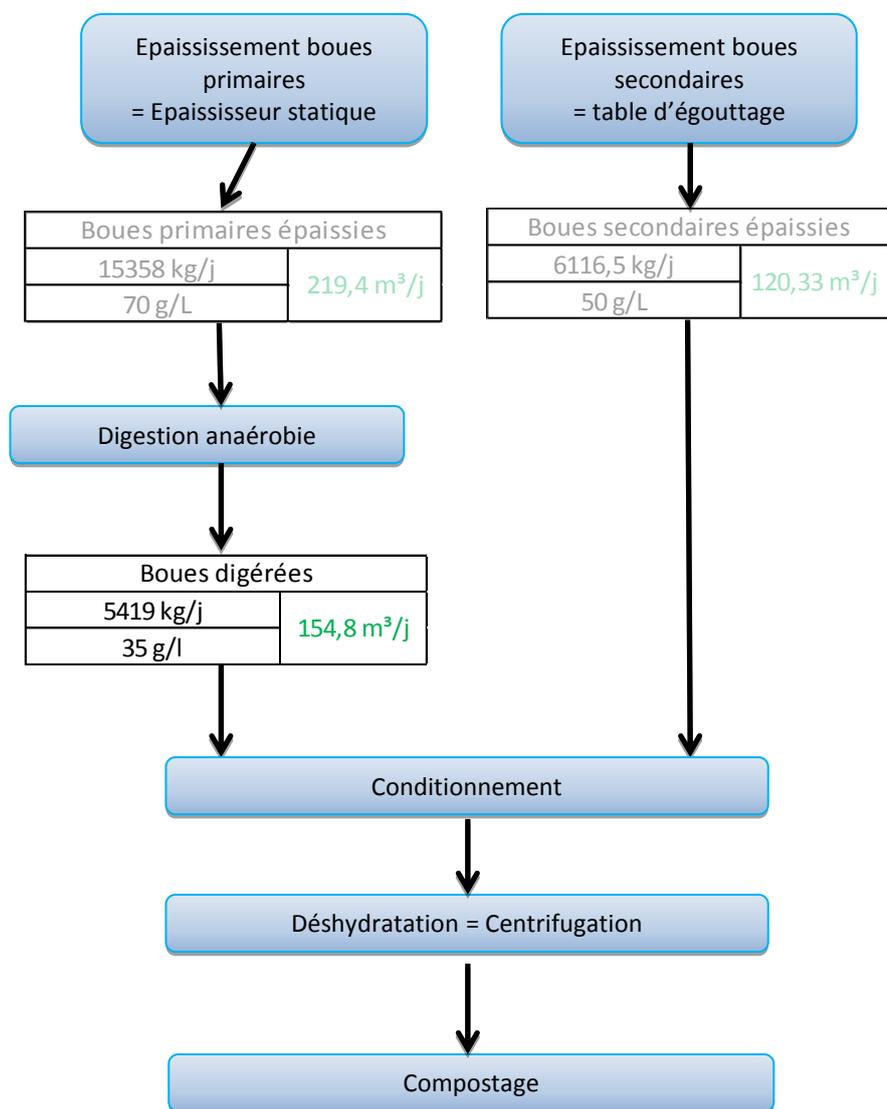


Figure 65 : filière de traitement des boues de la STEP de St-Etienne.

## Régie de Bourg en Bresse

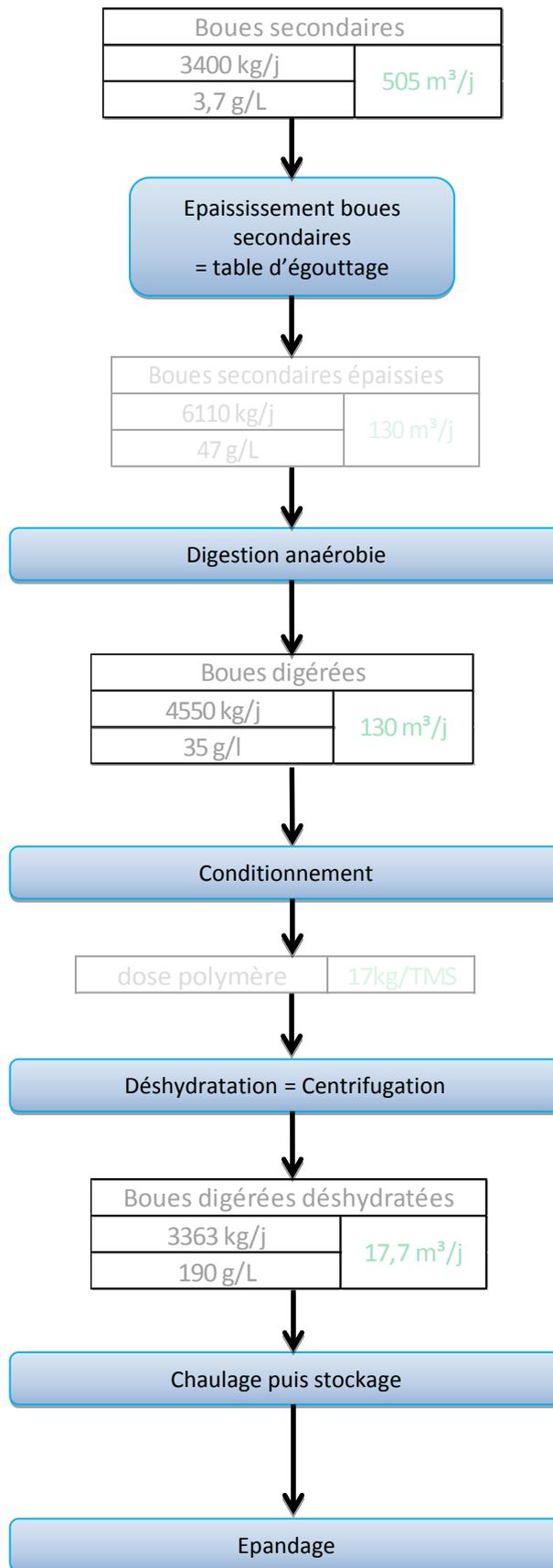


Figure 66 : filière de traitement des boues de la STEP de Bourg en Bresse.

## Annexe 2 : représentation schématique de la CFT du laboratoire

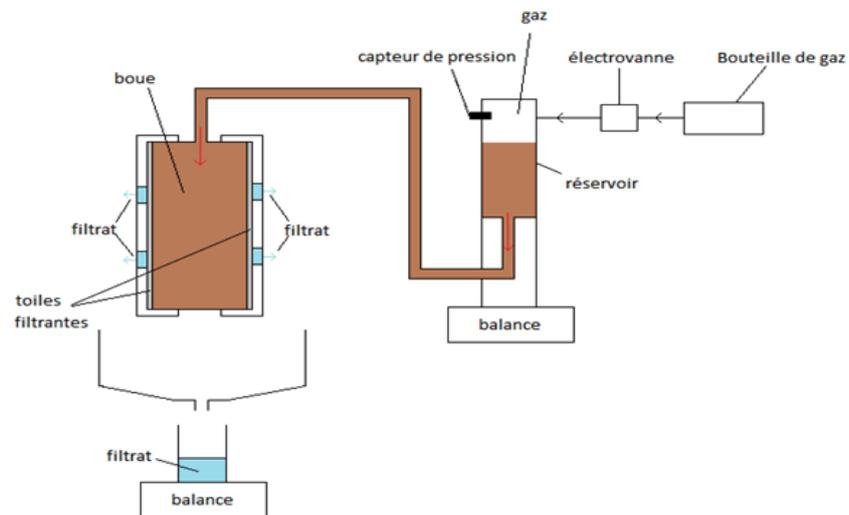


Figure 67: Représentation schématique du fonctionnement de la cellule de filtration tangentielle en phase de filtration.

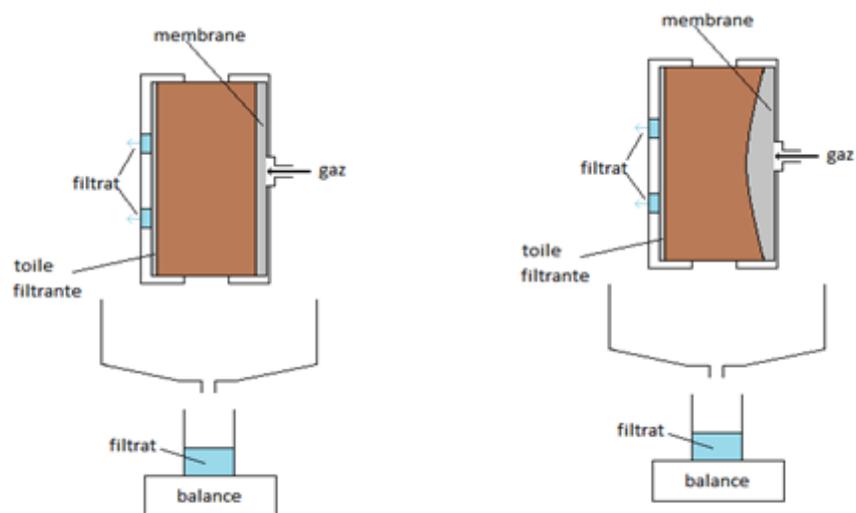


Figure 68 : Représentation schématique du fonctionnement de la membrane de compactage durant la déshydratation.

## Annexe 4 : exemples de courbes de cinétique durant la déshydratation en CFC

- Comparaison entre 2 boues ayant colmatées (Bf et Bd de Lyon) et une boue déshydratée correctement (Bf Bourg en Bresse) :

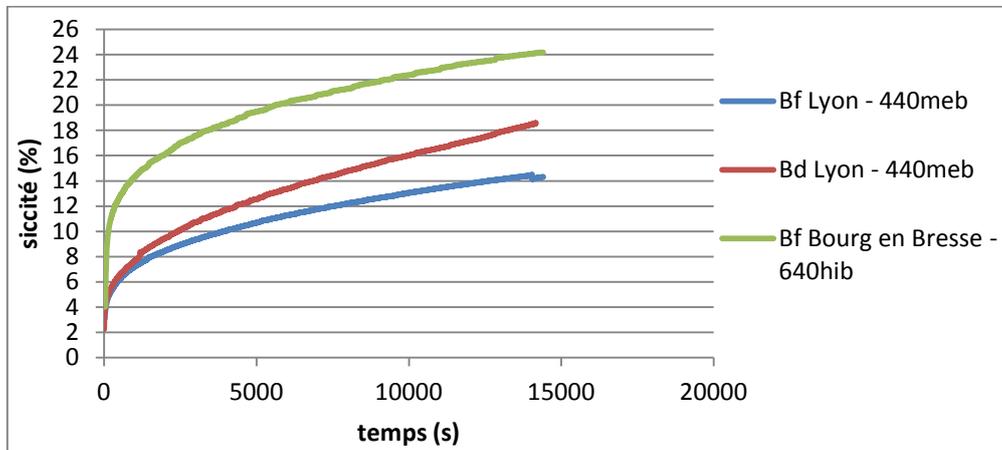


Figure 69 : courbe d'évolution de la siccité des gâteaux de boue en CFC pour les boues mixtes et digérées de Lyon.

En zoomant sur les courbes (figure ci-dessous), il apparaît que les boues qui ont colmatées rapidement atteignent une siccité de 6% seulement au bout de 10min, tandis que la siccité du gâteau pour Bourg en Bresse est 2 fois plus importante pour le même temps donné. Cela montre un colmatage rapide de la boue sur la cellule de filtration, par rapport à une boue se déshydratant normalement.

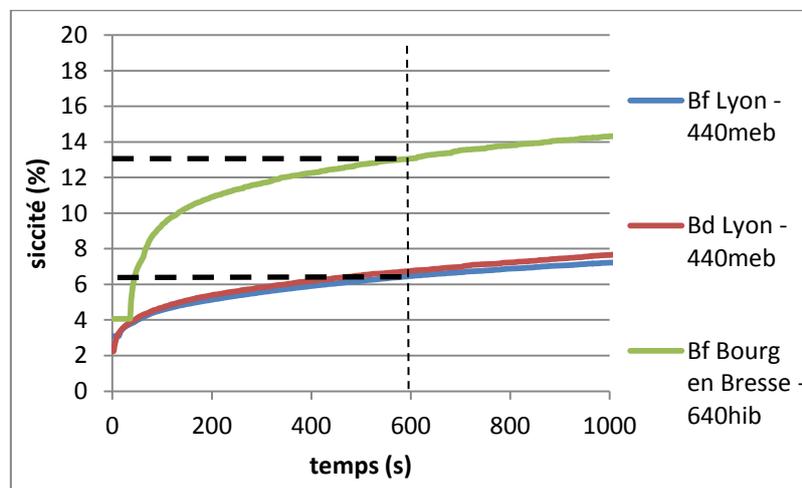


Figure 70 : zoom sur les courbes d'évolution de la siccité des gâteaux de boue en CFC.

**Annexe 5 : courbes de  $\text{FeCl}_3$  obtenues pour les boues analysées avant et après digestion anaérobie industrielle:**

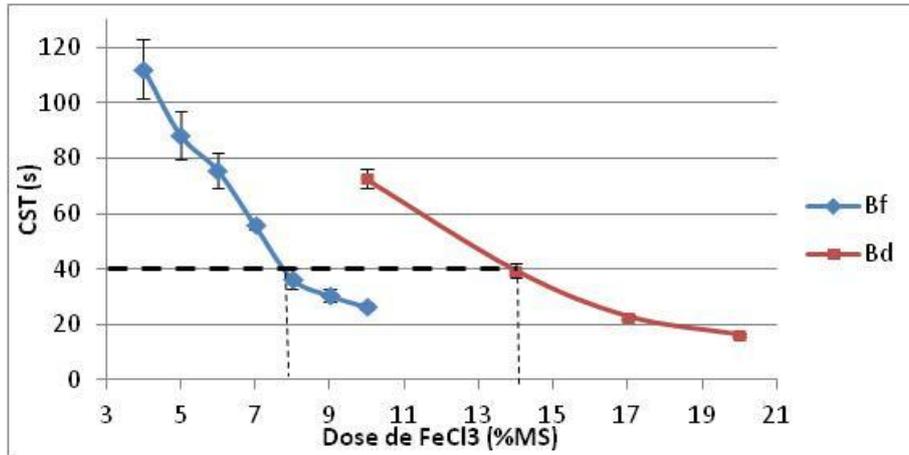


Figure 71 : Courbes de  $\text{FeCl}_3$  obtenues pour la boue mixte de Lyon, et la boue digérée avec un CST cible de 40s.

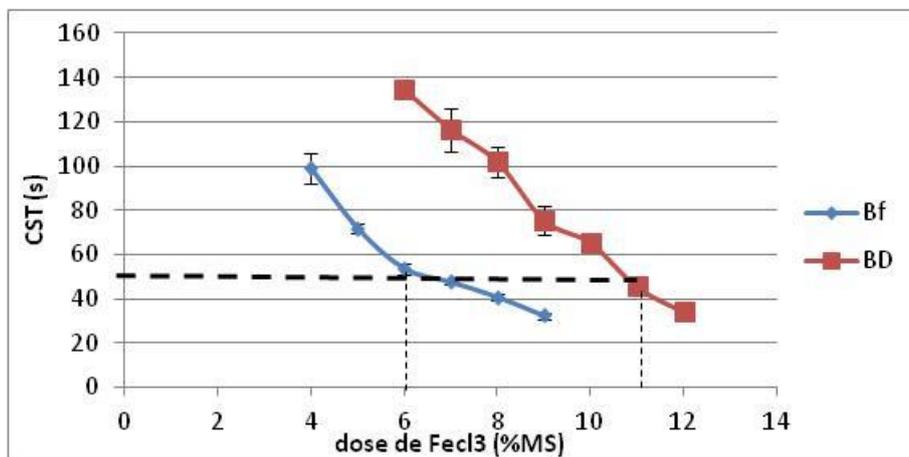


Figure 72 : Courbes de  $\text{FeCl}_3$  obtenues pour la boue secondaire de Bourg en Bresse, et la boue digérée avec un CST cible de 55s.

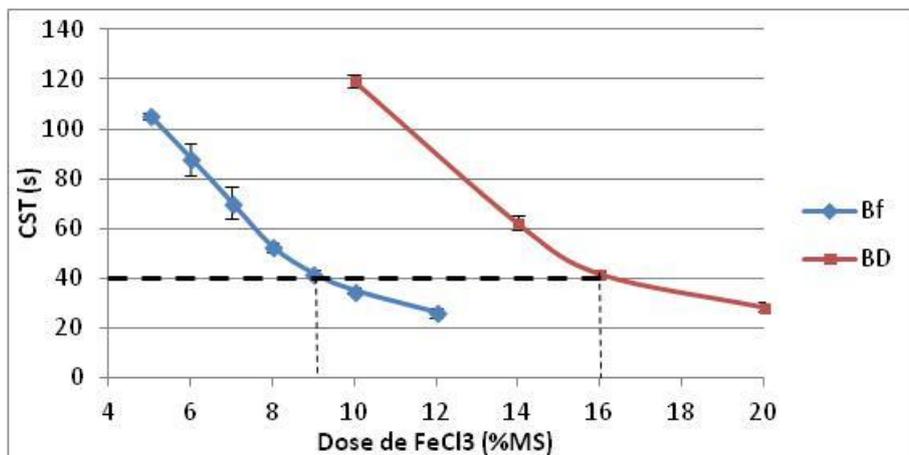


Figure 73 : Courbes de  $\text{FeCl}_3$  obtenues pour la boue primaire de St-Etienne, et la boue digérée avec un CST cible de 40s.

## Annexe 6 : courbes d'égouttage pour différents polymères testés sur l'ensemble des boues.

Boue mixte et digérée de la STEP de Lyon :

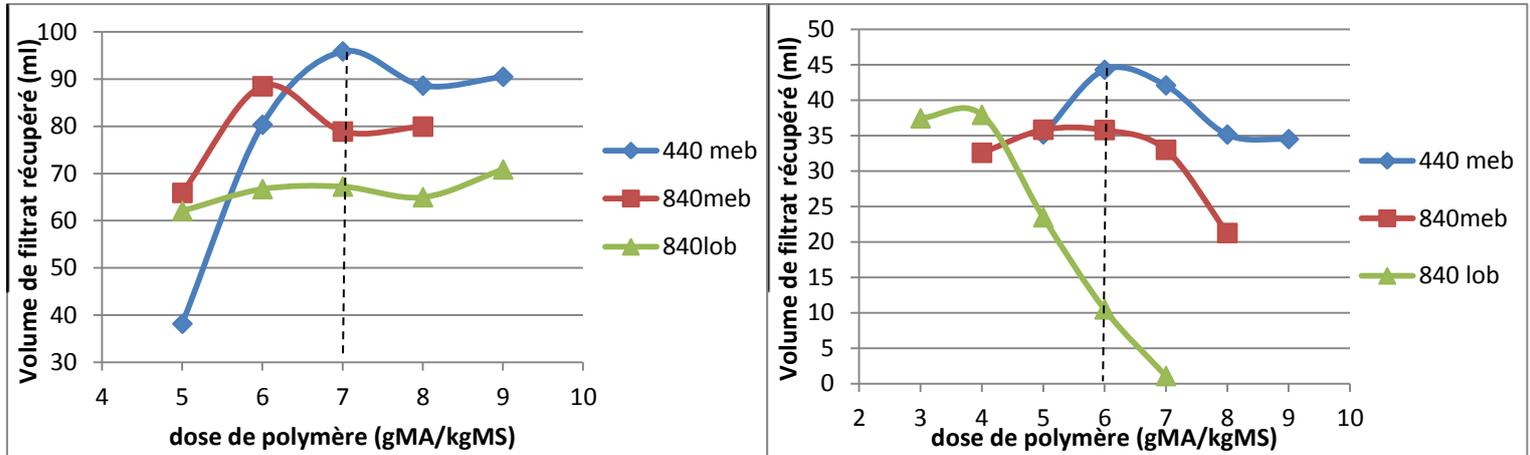


Figure 74 : Courbes d'égouttage des Bf (à gauche) et Bd (à droite) de la STEP de Lyon.

Boue primaire et digérée de la station de St-Etienne :

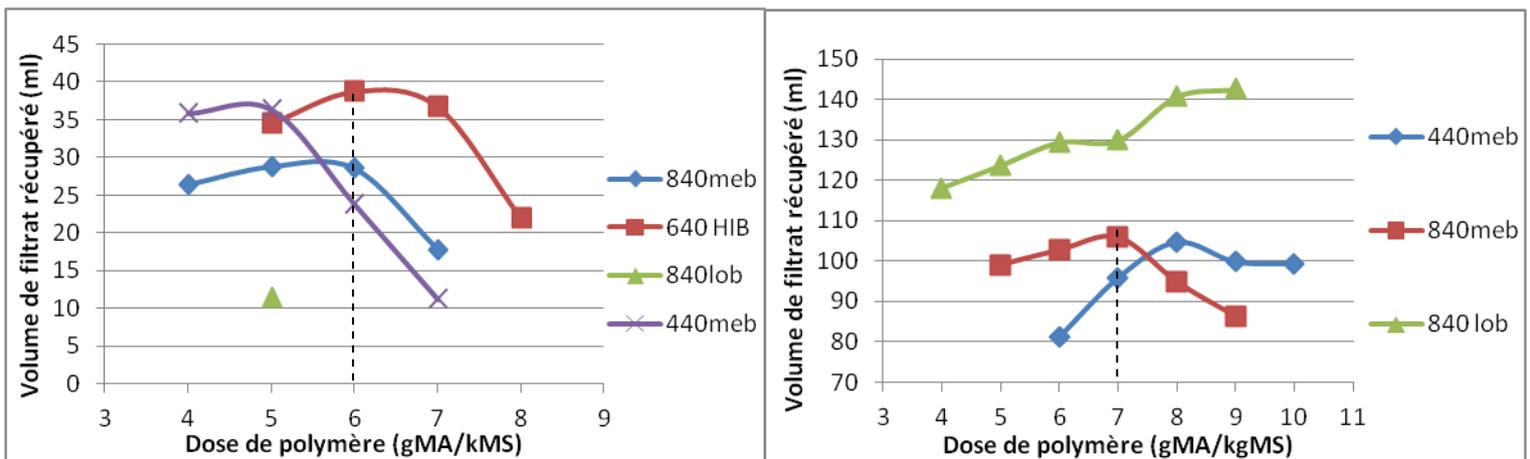


Figure 75 : Courbes d'égouttage des Bf (à gauche) et Bd (à droite) de la STEP de St-Etienne.

Boue secondaire et digérée de la STEP de Bourg en Bresse :

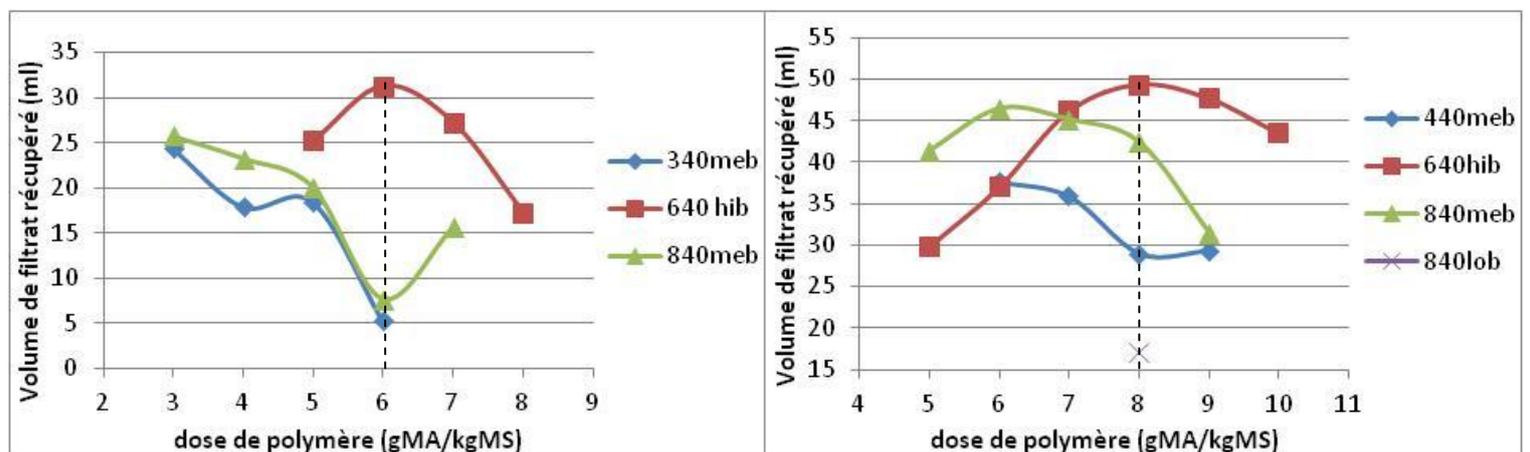


Figure 76 : courbes d'égouttage des Bf (à gauche) et Bd (à droite) de la STEP de Bourg en Bresse.

Boue mixte de la STEP de St-Etienne utilisée pour les essais de digestion en laboratoire :

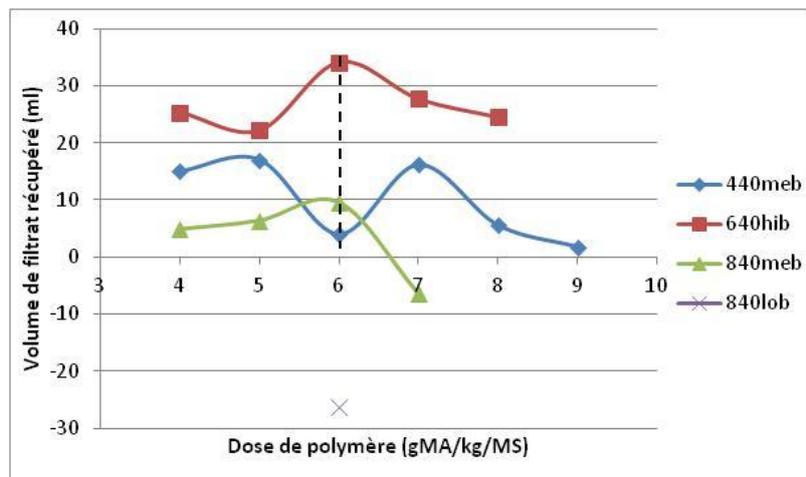


Figure 77 : courbe d'égouttage pour la boue mixte de St-Etienne utilisée pour les essais de digestion en laboratoire.

*Remarque : Le test d'égouttage pour les boues digérées issues de la station de St-Etienne (figure 75) avait permis de choisir le polymère 840meb pour les essais de digestion en laboratoire. Or, lors du premier test effectué sur la boue digérée à 5 jours, ce polymère n'arrivait pas à faire flocculer la boue, son action ayant sûrement été inhibée par la trop forte dose de  $FeCl_3$  (22%MS à 5 jours, cf figure). Ce polymère a donc été remplacé par le 640hib, ce dernier étant choisi car il avait permis la meilleure flocculation sur les boues primaires, et également sur la boue mixte utilisée pour ces essais (figure 75 et 77).*

Ces courbes permettent de constater que certains polymères ne sont pas adaptés aux types de boue analysée, notamment le polymère linéaire 840 lob pour les Bd de Lyon et Bourg en Bresse (figure 75 et 76), et pour les BM de St-Etienne (figure 77).

## Annexe 7 : Tableau récapitulatif des différentes doses optimales en agent de conditionnement, pour toutes les boues analysées

Tableau 10 : Tableau récapitulatif des différentes doses optimales en agent de conditionnement pour l'ensemble des boues analysées (digestion industrielle, essai de TSH, et de co-substrat.

| STEP            | Boue analysée | Dose de FeCl3 (%MS) | Type de Polymère | Dose de polymère (gMA/kgMS) |
|-----------------|---------------|---------------------|------------------|-----------------------------|
| Lyon            | Bf            | 8                   | 440meh           | 6                           |
|                 | Bd            | 14                  | 440meh           | 7                           |
|                 | 5jB1          | 17                  | 440meh           | 6                           |
|                 | 10jB1         | 18                  | 440meh           | 7                           |
|                 | 20jB1         | 26                  | 440meh           | 7                           |
|                 | 30jB1         | 28                  | 440meh           | 8                           |
|                 | 50jB1         | 29                  | 440meh           | 8                           |
| St-Etienne      | Bf            | 9                   | 640hib           | 6                           |
|                 | Bd            | 16                  | 840meh           | 7                           |
|                 | BM            | 8.5                 | 640hib           | 6                           |
|                 | 5jB2          | 22                  | 640hib           | 7                           |
|                 | 10jB2         | 23                  | 640hib           | 8                           |
|                 | 20jB2         | 23                  | 640hib           | 9                           |
|                 | 30jB2         | 28                  | 640hib           | 10                          |
|                 | 55jB2         | 28                  | 640hib           | 10                          |
| Bourg en Bresse | Bf            | 6                   | 640hib           | 6                           |
|                 | Bd            | 11                  | 640hib           | 8                           |
|                 | 10jB3         | 22                  | 640hib           | 7                           |
|                 | 27jB3         | 25                  | 640hib           | 8                           |
|                 | 40jB3         | 25                  | 640hib           | 8                           |
| Co-substrat     | C1            | 22                  | 640hib           | 7                           |
|                 | C2            | 21                  | 640hib           | 8                           |
|                 | C3            | 24                  | 640hib           | 6                           |

Essais en laboratoire :

B1 = digestat issus de la boue mixte de Lyon.

B2 = digestat issu de la boue mixte de St-Etienne.

B3 = digestat issu de la boue secondaire de Bourg en Bresse.

C1 = digestat issu du réacteur témoin (analyse co-substrat)

C2 = digestat issu du réacteur avec le co-substrat « graisse »

C3 = digestat issu du réacteur avec le co-substrat « tonte de « pelouse »

5j, 10j... = TSH de l'échantillon de boue.

## Annexe 8 : exemple de courbes de mesures d'impédances électriques et calculs de la conductivité sur la totalité des échantillons analysés :

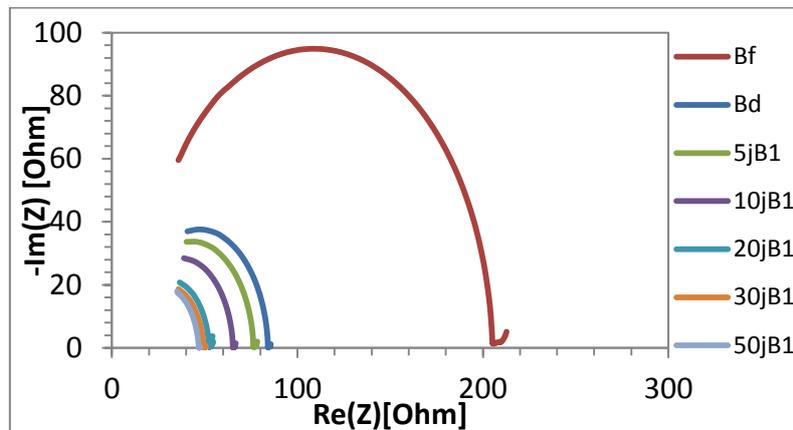


Figure 78 : courbes d'impédances électriques tracées pour les Bf et Bd de la STEP de Lyon, et les digestats issus des essais en laboratoire.

Les points d'intersections des courbes avec l'axe des abscisses correspondent aux valeurs de résistivité utilisées pour le calcul de la conductivité dans les boues.

L'évolution de la conductivité pour les 3 digestats issus des essais en laboratoire en fonction du TSH, et les valeurs de conductivité pour les boues fraîches (TSH = 0) et digérées (marqueurs bleu, rouge et vert) prélevées sur les 3 stations sont présentées sur la figure ci-dessous :

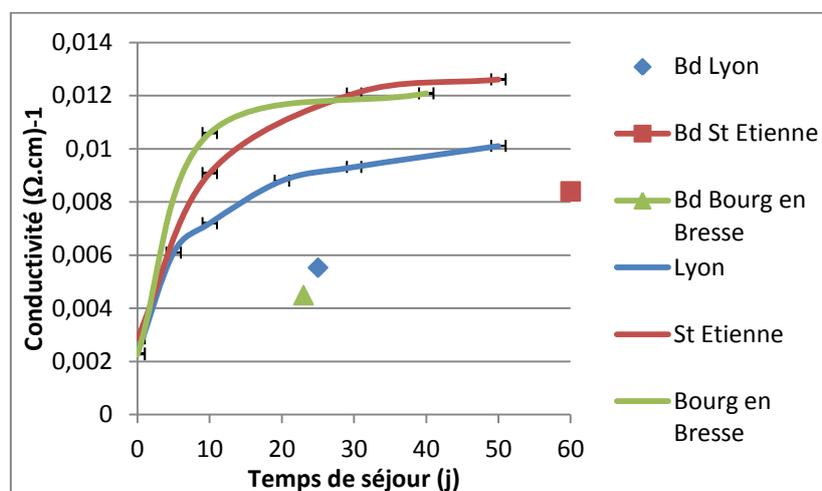


Figure 79 : courbe d'évolution de la conductivité sur les digestats des essais en laboratoire en fonction du TSH, et des boues fraîches et digérées prélevées sur les 3 STEP.

La conductivité augmente ainsi fortement durant les 20 premiers jours de digestion pour Lyon et St-Etienne, et les 10 premiers jours pour Bourg en Bresse, traduisant ainsi une forte production de particules colloïdales durant cette période. Les courbes ont ensuite tendance à se stabiliser, tout en gardant des valeurs élevées. Cela peut signifier que les colloïdes produits ne sont pas dégradés au cours de la digestion.

Pour les boues digérées prélevées sur les stations, celles-ci présentent des valeurs de conductivités toujours nettement inférieures par rapport aux essais en laboratoire (valeur divisée par

1,5 pour Lyon et St-Etienne, et 3 pour Bourg en Bresse). Cela pourrait confirmer une digestion peu avancée des boues dans les digesteurs industriels de STEP.

La conductivité a également été calculée pour les essais sur les co-substrats. Les résultats sont présentés sur la figure ci-dessous :

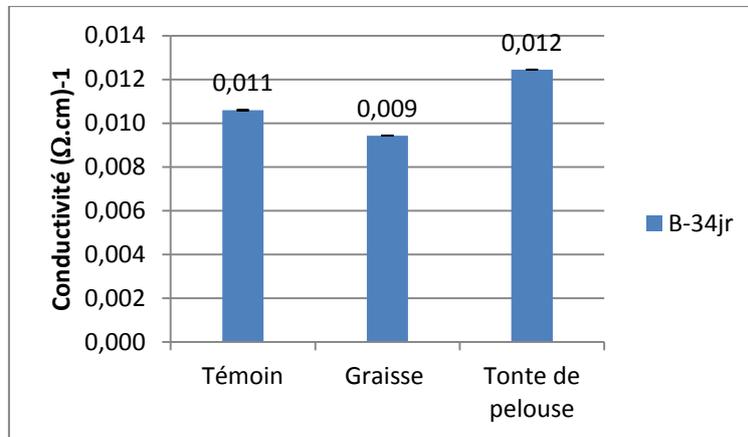


Figure 80 : Conductivités calculées sur les digestats issus de l'étude sur l'impact des co-substrats.

## Annexe 9 : Tableau récapitulatif des données pour la partie discussion opérationnelle sur les boues avant et après digestion industrielle

Tableau 11 : tableau récapitulatif des calculs de volumes de boues après digestion, des volumes de boues déshydratées, et des consommations en agents de conditionnement, avec les données des boues avant et après digestion industrielle.

| STEP                                       | Lyon  |       | St-Etienne |        | Bourg en Bresse |       |
|--------------------------------------------|-------|-------|------------|--------|-----------------|-------|
|                                            | Bf    | Bd    | Bf         | Bd     | Bf              | Bd    |
| Type de boue                               |       |       |            |        |                 |       |
| MS boue fraîches (g/l)                     | 40    | 26    | 70         | 34     | 47              | 41    |
| Masse de MS dans les Bf (g)                | 4000  | -     | 7000       | -      | 4700            | -     |
| Volume de boue produit (kg)                | 100   | 92,6  | 100        | 81,7   | 100             | 81,8  |
| Taux d'abattement des MV (%)               |       | 39,8  | -          | 60,3   | -               | 28,6  |
| Siccité gâteau de boue en CFT (g/l)        | 215   | 190   | 374        | 331    | 237             | 248   |
| Volume de boue déshydratée (kg)            | 18,6  | 12,7  | 18,7       | 8,4    | 19,8            | 13,5  |
| Dose FeCl <sub>3</sub> (%MS)               | 8     | 14    | 9          | 16     | 6               | 11    |
| Concentration FeCl <sub>3</sub> (g/kg)     | 430   | 430   | 430        | 430    | 430             | 430   |
| Quantité de FeCl <sub>3</sub> consommé (g) | 744,2 | 783,3 | 1465       | 1033,3 | 655             | 858,3 |
| Dose polymère (gMA/tMS)                    | 6     | 7     | 6          | 7      | 6               | 8     |
| Consommation polymère commercial (g)       | 48    | 33,3  | 84         | 38,8   | 56,4            | 46,7  |
| Consommation en solution polymère (kg)     | 24    | 16,7  | 42         | 19,4   | 28,2            | 23,3  |

Tableau 12 : calcul des coûts liés à la consommation en agent de conditionnement sur les 3 STEP analysées.

| STEP                                  | Lyon |      | St-Etienne |      | Bourg en Bresse |      |
|---------------------------------------|------|------|------------|------|-----------------|------|
|                                       | Bf   | Bd   | Bf         | Bd   | Bf              | Bd   |
| Type de boue                          |      |      |            |      |                 |      |
| Coût lié au polymère (euros)          | 0,10 | 0,07 | 0,17       | 0,08 | 0,11            | 0,09 |
| Coût lié au FeCl <sub>3</sub> (euros) | 0,13 | 0,14 | 0,25       | 0,18 | 0,11            | 0,15 |
| Total (euros)                         | 0,22 | 0,20 | 0,42       | 0,26 | 0,23            | 0,24 |

## Annexe 10 : courbes de biogaz obtenues pour l'ensemble des réacteurs batch de l'étuve, pour les essais de TSH. :

Valeurs étalons pour l'ensemble des compteurs utilisés :

Tableau 13 : valeurs d'étalonnage des différents compteurs de gaz et erreur associées.

| n° compteur          | 1    | 2  | 3    | 4  | 5    | 6  | 7  | 8    | 9  | 10   | 11   | 12 |
|----------------------|------|----|------|----|------|----|----|------|----|------|------|----|
| Valeur basse (ml)    | 42   | 59 | 50   | 38 | 41   | 31 | 55 | 55   | 42 | 38   | 42   | 40 |
| Valeur haute (ml)    | 43   | 61 | 67   | 48 | 42   | 47 | 59 | 62   | 44 | 43   | 43   | 44 |
| Moyenne (ml)         | 42,5 | 60 | 58,5 | 43 | 41,5 | 39 | 57 | 58,5 | 43 | 40,5 | 42,5 | 42 |
| Erreur relative (ml) | 0,5  | 1  | 8,5  | 5  | 0,5  | 8  | 2  | 3,5  | 1  | 2,5  | 0,5  | 2  |

- Courbe d'évolution de la production de gaz par kg de MV détruite pour l'étude de l'impact du TSH :

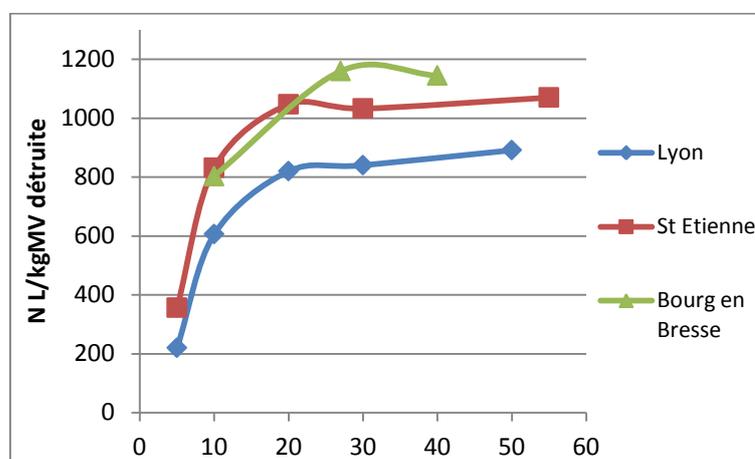


Figure 81 : production de gaz par kg de MV détruite pour l'étude sur l'impact du TSH pour les 3 digéstats.

Logiquement, ces courbes devraient être égales à une constante. Or, la production est beaucoup plus faible à 5 jours. Cela peut être lié aux AGV produits au cours des phases d'hydrolyse/acidogénèse qui n'ont pas encore été consommés et sont donc en partie accumulés. Or, ils sont volatiles et sont donc considérés comme de la MV détruite alors qu'ils n'ont pas encore été convertis en biogaz. D'autre part, ces courbes ont été réalisées en se basant sur la production de gaz en litres d'un seul et même réacteur batch (celui qui est resté le plus longtemps dans l'étuve) tandis que les MV détruites ont été calculées sur des réacteurs différents selon le TSH analysé.

De ce fait, les valeurs obtenues sont considérées comme valables à partir du 20<sup>ème</sup> jour de digestion. Elles permettent alors de constater que la production de gaz par kg de MV détruite se situe entre 850 et 1200 NL. Ces gammes de valeurs sont ainsi très proches des valeurs fournies par l'état de l'art (partie 2.1.5).

- Courbe des 9 réacteurs utilisés pour le suivi du digestat issu de Lyon :

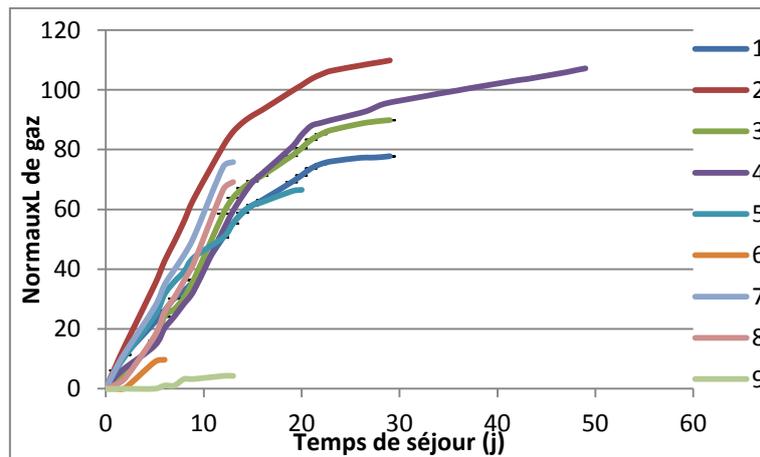


Figure 82 : Courbe de production de biogaz des 9 réacteurs batch contenant le digestat de Lyon.

Remarque : l'erreur calculée pour la production totale de gaz du réacteur 4 est de 13 NL.

- Courbe des 5 réacteurs utilisés pour le suivi du digestat issu de St-Etienne :

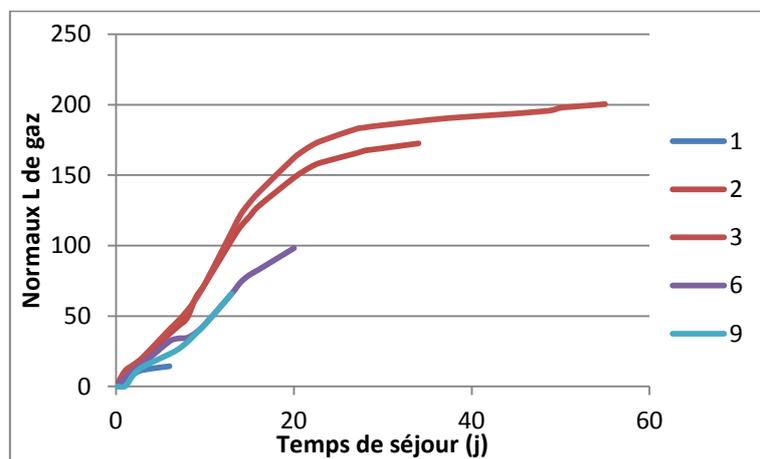


Figure 83 : Courbe de production de biogaz des 5 réacteurs batch contenant le digestat de St-Etienne.

Remarque : l'erreur calculée pour la production totale de gaz du réacteur 3 est de 31 NL.

- Courbe des 3 réacteurs utilisés pour le suivi du digestat issu de Bourg en Bresse :

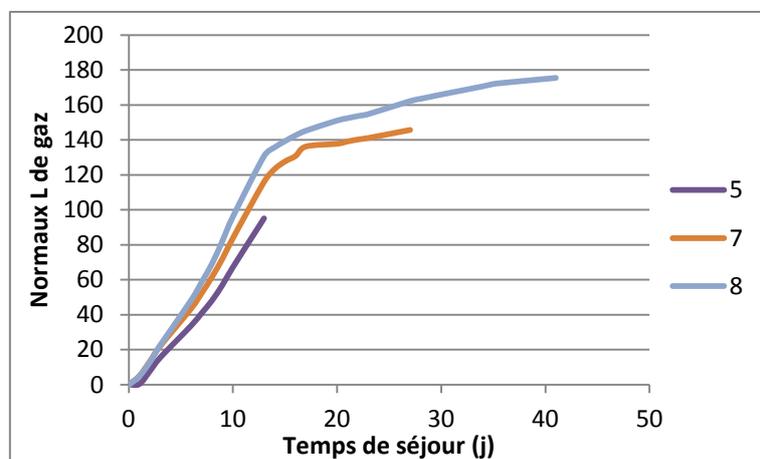


Figure 84 : Courbe de production de biogaz des 3 réacteurs batch contenant le digestat de Bourg en Bresse.

*Remarque : l'erreur calculée pour la production totale de gaz du réacteur 8 est de 11 NL.*

Les numéros des courbes correspondent au numéro de compteur attribué à chaque réacteur batch.

Les courbes s'arrêtent au moment où un réacteur est sorti de l'étuve pour être analysé suivant un TSH donné.

Un dysfonctionnement électrique au niveau du compteur 2 a été remarqué lors de la digestion de Lyon. En effet l'afficheur comptabilisait des basculements qui ne se produisaient pas, d'où une production plus élevée pour ce compteur pour le digestat de Lyon.

Des différences de production sont observées selon les réacteurs. Plusieurs raisons peuvent être données à cela. D'une part des problèmes de fuites au niveau des joints des ouvertures sur les couvercles sont apparus au cours de la digestion (bien visibles par exemple ici pour les réacteurs 6 et 9 sur les graphiques 63 et 64). Ces problèmes de fuites ont été réglés en fixant de la colle isolante sur les couvercles tout autour des ouvertures. D'autre part, une mousse se formait de temps en temps à l'intérieur des réacteurs qui remontait alors parfois dans les tuyaux d'évacuations du gaz et venait les boucher, d'où des problèmes de fuites supplémentaires. Enfin, des inhomogénéités de mélange (au niveau des MV) peuvent être présentes dans les réacteurs ce qui peut entraîner des différences de production.

**MEMOIRE DE FIN D'ETUDES**

**Diplôme : Ingénieur de l'ENGEES**

**Spécialité : Gestion De l'Eau Dans les Milieux Urbains**

**Auteur : Sarah BERTHAULT**

**Année : 2015**

**Titre : Etude de l'impact de la digestion anaérobie sur la déshydratabilité des boues résiduaires en filtre presse.**

**Nombre de pages : 94**    texte : 60                    annexes : 15

**Nombre de références bibliographiques : 52**

**Structure d'accueil : IRSTEA, Montoldre, Allier**

**Maître de stage : Julian Tosoni**

**Résumé**

La digestion anaérobie constitue une étape de la filière de traitement des boues. Elle présente certains avantages, notamment la réduction des volumes et la production de biogaz. Cependant, l'impact de ce procédé sur la déshydratabilité des boues résiduaires reste mal connu et peut entraîner des dysfonctionnements sur les STEP dont les causes ne sont pas clairement identifiées. L'objectif de cette étude est donc d'étudier l'impact de la digestion et de ses paramètres de fonctionnement sur cette déshydratabilité, en filtre-pressé. Le travail réalisé devra notamment permettre de comprendre les dysfonctionnements observés sur le terrain, et d'éventuellement proposer des solutions d'optimisation.

**Mots-clés : traitement des boues, digestion anaérobie, déshydratabilité des boues, filtre presse, cellule de filtration tangentielle.**