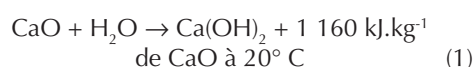


Le chaulage des boues : qualité du mélange et impact sur ses propriétés mécaniques

Philippe Héritier, Émilie Dieudé-Fauvel et Jean-Christophe Baudéz

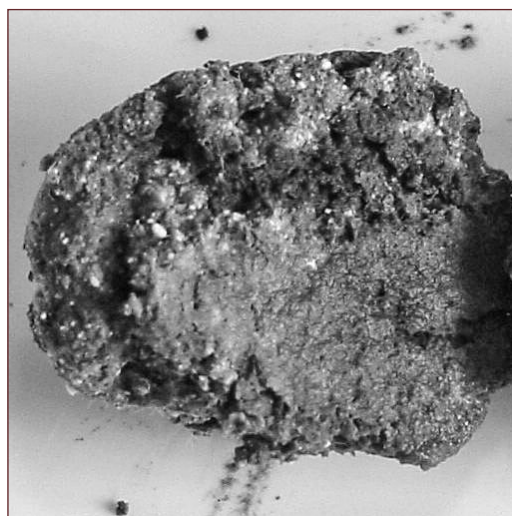
La loi du 13 juillet 1992 (entrée en vigueur à partir de 2002) interdit la mise en décharge des déchets non ultimes ou contenant plus de 70 % d'eau et plus de 10 à 20 % de matières organiques. Elle touche alors directement la question des boues résiduelles : leur mise en décharge étant devenue impossible, celles-ci sont incinérées ou valorisées, notamment par le biais de l'épandage agricole. Néanmoins, les boues sont fermentescibles et présentent plusieurs inconvénients tels que le dégagement d'odeurs dû à l'activité des micro-organismes et la variation de leur consistance avec le temps. Pour pallier ces inconvénients, une solution est fréquemment utilisée : le chaulage.

Le mélange obtenu par chaulage est réactif. La chaux réagit chimiquement avec l'eau contenue dans les boues selon la réaction suivante :



Cependant, dans la pratique, les boues chaulées obtenues présentent fréquemment des hétérogénéités, agglomérats de chaux et boulettes de boue non chaulée (photo 1). Ces hétérogénéités induisent en premier lieu une surconsommation de chaux pour atteindre les prescriptions légales en matière d'hygiénisation des boues. En second lieu, comme le matériau est hétérogène, son comportement mécanique l'est aussi. Il est donc difficile, à partir d'un ou plusieurs échantillons, de prédire les caractéristiques rhéologiques du volume total.

Dans cet article, nous proposons d'abord une méthode simple pour qualifier l'homogénéité des mélanges. Ensuite, sur la base de mélanges homogènes, au sens de la définition précédente, nous étudions les évolutions des propriétés mécaniques des boues chaulées en fonction de la concentration en chaux. Nous démontrons que les mélanges sont tous similaires entre eux et qu'une simple analyse d'image permet de les discrétiser. Tous ces résultats convergent vers la nécessité d'améliorer la qualité des mélanges pour optimiser toute la filière.



▲ Photo 1 – Coupe d'un échantillon de boue chaulée, prélevée au stockage. On aperçoit des points blancs de chaux pure, non mélangée.

Les contacts

Cemagref Clermont-Ferrand, UR TSCF, Technologies et systèmes d'information pour les agrosystèmes, Domaine des Palaquins, 03150 Montoldre

1. Équivalent habitants.

2. *American Society of Agricultural Engineers.*

3. Potentiel hydrogène.

4. Association européenne de la chaux ; en anglais : *European Lime Association.*

Matériels et méthodes

Les boues utilisées dans les expériences qui suivent proviennent de la station d'épuration de Moulins-sur-Allier (50 000 EH¹). Elles ont été prélevées à la sortie du poste de déshydratation, par filtres à bandes, et présentent une siccité d'environ 15 %. La chaux, quant à elle, a été fournie par la société Lhoist.

Caractérisation physico-chimique

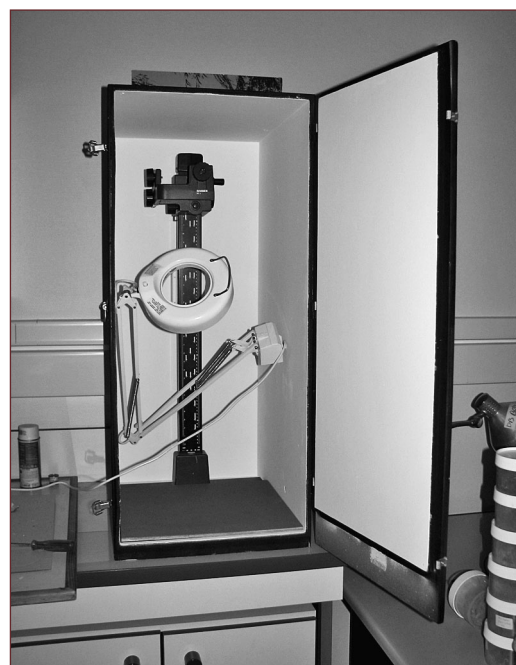
La chaux étant un matériau réagissant avec l'eau, le taux de matières sèches varie de deux manières distinctes quand incorpore la chaux : d'une part, une augmentation naturelle due à l'addition de matières et d'autre part, une consommation d'eau pour transformer la chaux vive en chaux éteinte. De fait, la quantité de chaux contenue dans la boue doit être calculée sur la base de la teneur finale en matières sèches, compte tenu de la réaction définie par l'équation (1). La siccité des échantillons a été déterminée par séchage à 60° C pendant 72 heures (ASAE² Standard, 1999). La teneur en matières minérales est quant à elle évaluée après calcination à 550° C. Parallèlement à la préparation des mélanges, des mesures de pH³ ont été effectuées afin de s'assurer qu'il restait toujours supérieur à 12, synonyme de bonne hygiénisation du matériau. De plus, le suivi de la température résultant de l'ajout de chaux vive a été réalisé afin de vérifier la bonne conformité du mélange aux conditions exigées, c'est-à-dire maintenir une température supérieure à 55° C pendant 75 minutes ou supérieure à 58° C pendant 5 minutes (Eula⁴, 2004).

Analyse d'image

L'analyse d'image est un domaine scientifique complexe. Toutefois, dans notre cas, la facilité de mise en œuvre des méthodes de quantification de la qualité des mélanges est un élément à prendre en considération. Il est impératif que ces méthodes puissent être aisément utilisées sur le terrain, par le plus grand nombre de personnes. De fait, les méthodes lourdes et complexes – mais précises – qui demandent l'utilisation d'outils tels que Matlab, ont été écartées au profit d'un logiciel libre, ImageJ, téléchargeable gratuitement sur internet et facile d'utilisation.

Pour faire de l'analyse d'image avec ce logiciel, il suffit d'un appareil photographique numérique et, si l'on veut être rigoureux, d'une chambre

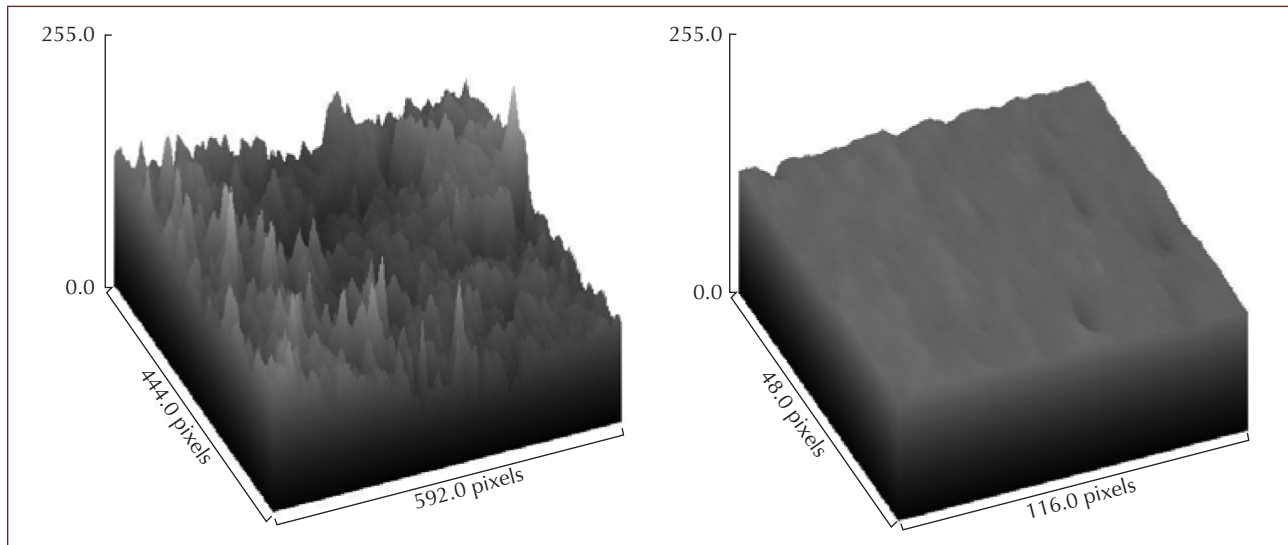
spéciale permettant de contrôler et de réguler la luminosité (photo 2). Avec ce logiciel, l'homogénéité ou l'hétérogénéité se définissent facilement, soit par un histogramme (plus il est étalé, plus il y a de couleurs distinctes et donc plus le mélange est hétérogène), soit par une courbe topographique des niveaux de blanc (figure 1) : plus la courbe est accidentée, plus le mélange est hétérogène.



▲ Photo 2 – Dispositif pour obtenir des clichés photographiques avec une lumière contrôlée.

Rhéologie

Pour les expériences de rhéologie, un rhéomètre (Paar Physica MCR300), équipé d'une géométrie à plans parallèles striés (rayon : 25 mm ; entrefer : 4 mm) a été employé. Les tests de fluage ont été réalisés en appliquant toujours le même palier de contrainte pendant une minute aux divers échantillons. La mesure obtenue est l'évolution de la déformation du matériau en fonction du temps. Pour les mesures en dynamique, une rampe de déformation sinusoïdale de 0,1 à 10 % a été effectuée à la fréquence de 1,6 Hz. La réponse obtenue permet de déterminer le module élastique, G' , et le module visqueux, G'' , du matériau.



Texturométrie

Parmi les grandeurs mesurables en texturométrie, le pouvoir collant est le plus important pour le chaulage, car il va permettre de quantifier l'adhésivité du matériau aux outils, qu'il s'agisse du malaxage ou de l'épandage. On mesure également le module de Young et la relaxation du matériau lorsqu'il est soumis à une contrainte constante. Ces mesures sont réalisées avec un texturomètre TA500 de chez Lloyd Instruments. Les tests d'adhésion consistent en l'application d'une force constante (5 N) pendant 10 secondes sur un échantillon placé dans un gabarit de 55 mm de diamètre et 10 mm de hauteur à l'aide d'une sonde de 40 mm de diamètre. Pour les tests de relaxation, les échantillons sont placés dans un récipient de 50 mm de diamètre et 70 mm de hauteur. Une sonde cylindrique de 30 mm de diamètre pénètre dans le matériau sur une profondeur de 5 mm. La force est mesurée jusqu'à ce que les 5 mm soient atteints (apparition d'un pic), puis l'enregistrement de l'effort est maintenu pendant 30 secondes pour mesurer la relaxation du matériau, phénomène qui indique la réorganisation interne de la structure préalablement déformée.

Résultats et discussion

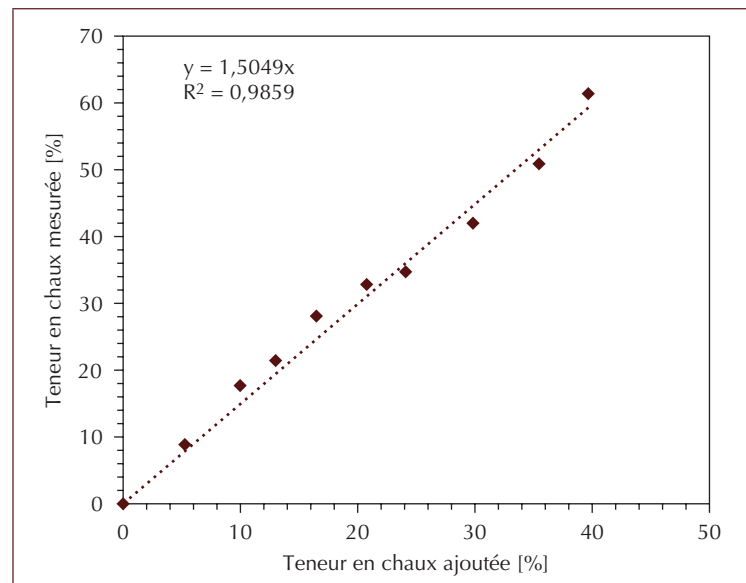
Caractérisation physico-chimique

D'un point de vue expérimental, la teneur en chaux finale du mélange, déterminée à partir de la teneur en matières minérales des boues avant et après

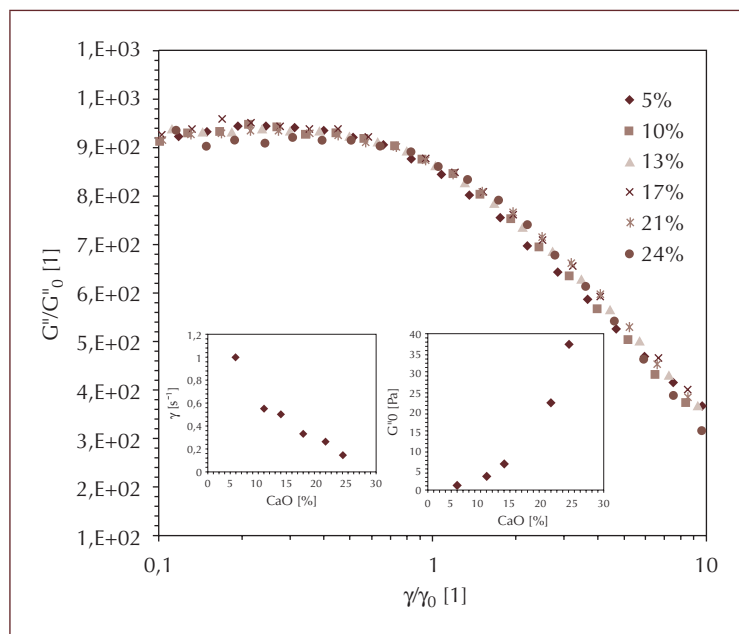
chaulage, est supérieure à celle attendue si l'on faisait un simple bilan massique (figure 2). Aussi, dans toute la suite, les teneurs en chaux exprimées seront les teneurs déterminées après réaction de la chaux, et obtenues après calcination.

Par ailleurs, l'analyse d'image d'échantillons de boues chaulées à plusieurs concentrations montre qu'il y a une corrélation directe – et linéaire – entre le niveau de blanc et la concentration en chaux (figure 2).

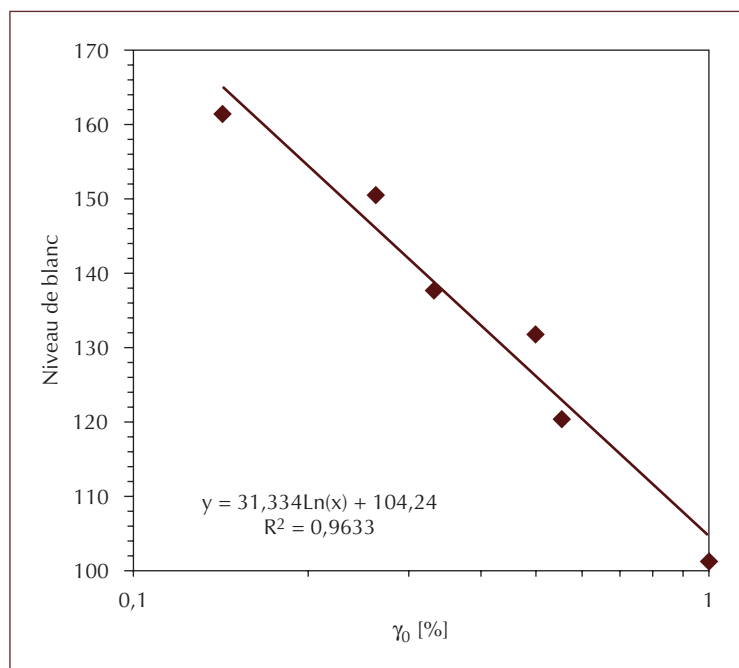
▲ Figure 1 – Niveaux topographiques de blanc obtenus par analyse d'image sur une boue grossièrement chaulée et une boue correctement chaulée.



▲ Figure 2 – Relation entre la teneur en chaux ajoutée et la teneur en chaux mesurée, après réaction.



▲ Figure 3 – Évolution du module visqueux en fonction de la déformation pour plusieurs teneurs en chaux. Les inserts représentent l'évolution des paramètres γ_0 (gauche) et G''_0 (droite) qui ont servi à définir la courbe maîtresse.



▲ Figure 4 – Relation entre le niveau de blanc et le paramètre d'adimensionnement de la déformation.

Un tel résultat démontre que l'analyse d'image peut être utilisée en routine, sur site, pour déterminer rapidement la teneur en chaux des échantillons (cependant, la pente de la courbe va changer en fonction de la couleur initiale de la boue non chaulée, un étalonnage est donc nécessaire sur site). C'est pourquoi la simplicité du dispositif d'acquisition d'image a été requise.

Rhéologie

En mode dynamique, quelle que soit la quantité de chaux ajoutée, les courbes de G' et de G'' sont toutes similaires et se superposent en multipliant la déformation par un facteur qui diminue linéairement avec la concentration en chaux et en divisant le module élastique par un facteur qui diminue exponentiellement avec la teneur en chaux (figure 3).

Ainsi, quelle que soit la concentration en chaux, on peut écrire :

$$G'/G'_0 = f\left(\frac{\gamma}{\gamma_0}\right) \text{ et } G''/G''_0 = g\left(\frac{\gamma}{\gamma_0}\right) \quad (2)$$

Qu'il s'agisse du G' ou du G'' , les facteurs multiplicatifs en abscisse et en ordonnée sont très proches les uns des autres. Ainsi, connaissant l'évolution du matériau pour une certaine quantité de chaux, il est possible de déduire le module élastique pour une autre quantité de chaux. De plus, le module élastique et le module visqueux diminuent tous les deux lorsque la déformation augmente, suggérant que la boue chaulée a un comportement davantage plastique que visco-élastique.

Par ailleurs, comme pour la concentration en chaux, les paramètres d'adimensionnement des courbes suivent une loi logarithmique avec le niveau de blanc obtenu par analyse d'image (figures 4 et 5).

Les tests de fluage montrent que la réponse du matériau obéit à une simple loi-puissance (figure 6) dont la valeur de l'indice de puissance diminue avec la quantité de chaux ajoutée (figure 6) pour tendre vers 0, tandis que le paramètre α reste relativement constant :

$$J(t) = \frac{\phi(t)}{\tau} = \alpha \cdot t^n \quad (3)$$

où J , ϕ , τ représentent respectivement la complaisance, l'angle de rotation du mobile et la contrainte de cisaillement appliquée.

Ainsi, plus la boue contient de chaux, plus le comportement du matériau tend vers celui d'un solide élastique, pour lequel la valeur de la complaisance est une constante ($n = 0$). L'existence de la loi-puissance suggère elle aussi un comportement viscoplastique des boues chaulées, similaire au fluage secondaire observé avec les matériaux composites (Marklund *et al.*, 2006), ce qui laisse à penser que le chaulage tendrait à organiser la structure des boues dans un état plus ordonné. Pendant la phase de fluage ou pendant la rampe de déformation en mode dynamique, la réponse mécanique du matériau serait davantage due à des dislocations localisées qui se développent et se propagent à l'intérieur de l'échantillon plutôt qu'à une réorganisation lente de la structure. Cette hypothèse est d'ailleurs confortée par l'observation des boues fortement chaulées, qui n'ont plus aucune cohésion : à la moindre sollicitation externe, on se trouve face à un amas pulvérulent où les dislocations se sont développées au travers de tout l'échantillon, pour le rendre friable.

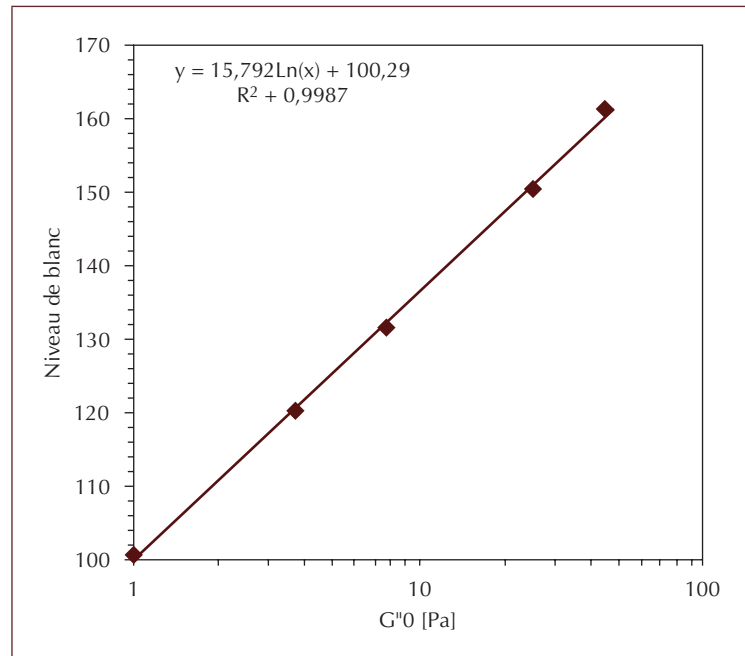
Texturométrie

Parmi les grandeurs mesurées, le module de Young et le pouvoir collant (force d'adhésivité) sont déterminants pour le stockage et la reprise des boues chaulées en station d'épuration. En effet, le module de Young représente la capacité du matériau à se déformer avant de se briser, tandis que la force d'adhésivité matérialise et quantifie l'aspect collant souvent rencontré avec les boues. Il suffit de prendre un échantillon sur une truelle et de la retourner pour s'en convaincre.

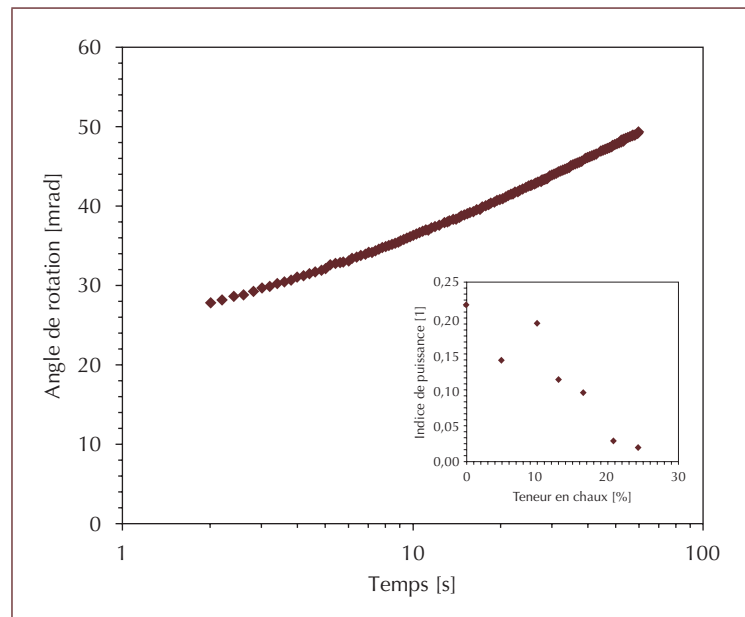
MODULE DE YOUNG ET RELAXATION

À partir du pic de contrainte obtenu pendant les expériences de relaxation, on peut calculer le module de Young $E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$ des mélanges qui est

une fonction exponentielle de la teneur en chaux (figure 7), où σ représente la contrainte exercée sur le matériau et ε est la déformation. L'augmentation de E traduit une rigidité de plus en plus grande du matériau (Hibbeler, 1997), qui va également se traduire par une plus grande fracturabilité. Ce résultat est cohérent avec ceux obtenus en fluage pour lesquels le comportement de la boue tend vers celui d'un solide hookéen au fur et à mesure que la teneur en chaux augmente.



▲ Figure 5 – Relation entre le niveau de blanc et le paramètre d'adimensionnement du module visqueux G'' .



▲ Figure 6 – Évolution de l'angle de rotation d'une boue contenant 13 % de chaux soumise à une contrainte constante de 218 Pa. L'insert représente l'évolution de l'indice de puissance de l'équation (1) en fonction de la teneur en chaux.

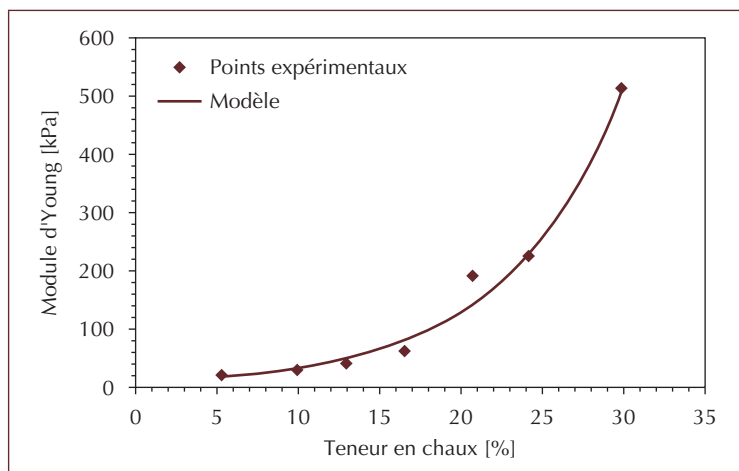


Figure 7 – Module de Young en fonction de la teneur en chaux. ($y = 8,08 \exp(0,14 x)$ $R^2 = 0,976$).

Parallèlement, pour une contrainte donnée, les échantillons relaxent d'autant moins que leur teneur en chaux est élevée (figure 8), ce qui est en accord avec l'évolution du module de Young. Cette perte de relaxation est à ramener à l'augmentation de la rigidité et à la structuration du matériau : les macromolécules qui composent la boue sont moins mobiles et ne peuvent plus s'organiser librement. Le matériau reste d'autant plus déformé que la quantité de chaux est importante. Cette déformation permanente est à rapprocher de l'existence et de la propagation des dislocations à l'intérieur d'un échantillon déformé.

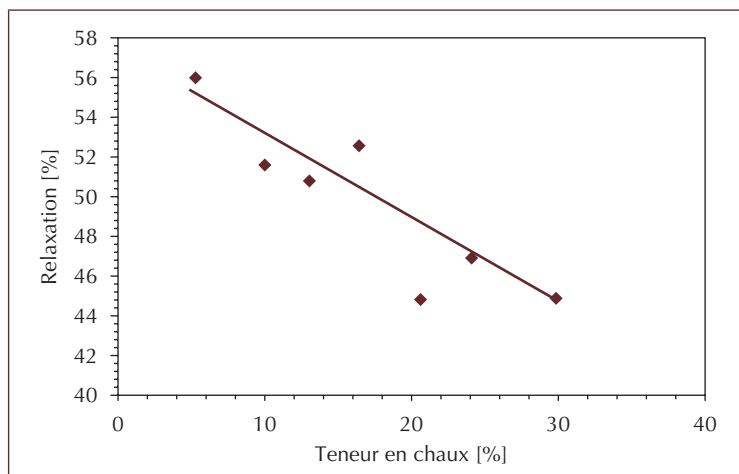
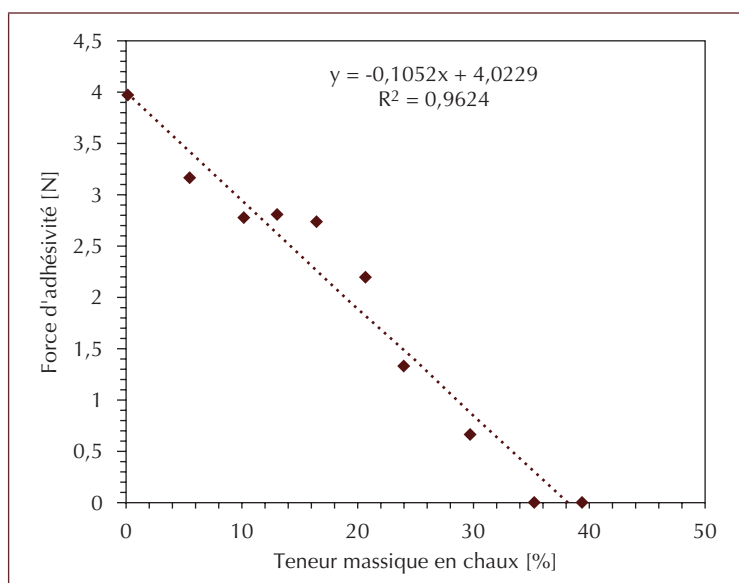


Figure 8 – Pourcentage de relaxation en fonction de la teneur en chaux.



ADHÉSIVITÉ ET ADHÉSION

L'adhésivité diminue linéairement avec la teneur en chaux jusqu'à une valeur critique au-delà de laquelle le matériau devient friable, sans aucune cohésion (figure 9). De plus, étant donné que le chaulage est une réaction exothermique, la teneur en matières sèches augmente rapidement, ce qui explique la perte d'adhésivité.

De la même manière, l'adhésion diminue (figure 10), en suivant une exponentielle de la forme :

$$F_{adhésion} = \beta \cdot \exp(-\lambda C_{CaO}) \quad (4)$$

où C_{CaO} représente la teneur massique en chaux vive ajoutée à la boue.

L'adhésion (force x déplacement) diminue donc plus rapidement que l'adhésivité, ce qui est cohérent avec l'augmentation du module de Young : plus il y a de chaux, moins la boue est déformable et le mobile doit donc se déplacer sur une distance plus courte pour être totalement détaché du matériau.

L'ensemble de ces résultats amène à montrer que la boue sera alors d'autant plus facile à stocker et à manipuler qu'elle contient de chaux car lorsque la teneur en chaux vive augmente, la capacité du

Figure 9 – Évolution de la force d'adhésivité d'une boue en fonction de la teneur en chaux ajoutée.

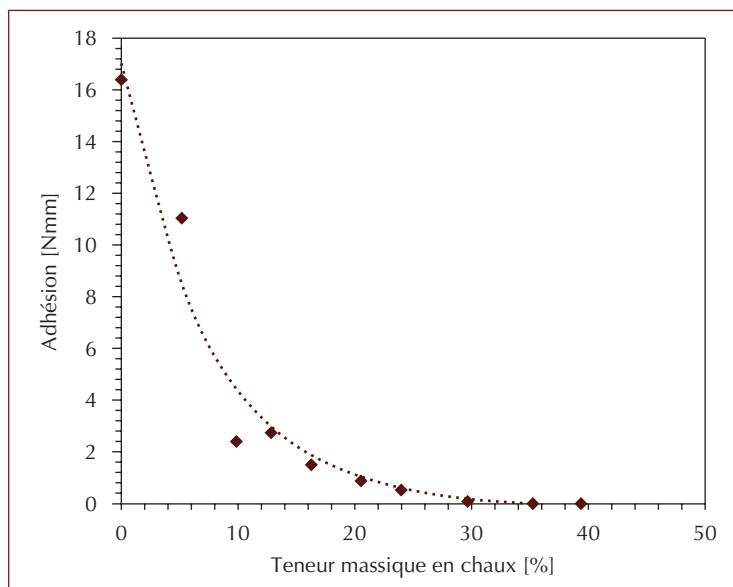
matériau à tenir en tas va s'accroître. Les variations de pouvoir collant résultent de la réaction entre la boue et la chaux vive qui consomme de l'eau et modifie ainsi totalement la structure du matériau.

Enfin, la force d'adhésion peut également se déterminer par l'analyse d'image (figure 11) en fonction du niveau de blanc mesuré : une loi-puissance relie les deux paramètres.

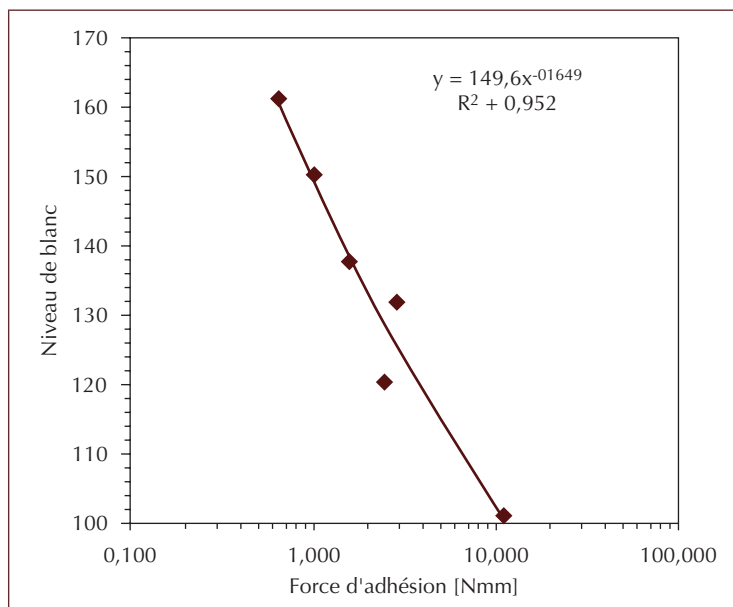
Conclusions

Outre l'hygiénisation, ajouter de la chaux aux boues résiduaires permet d'obtenir un matériau plus solide, moins collant et d'une meilleure manutention, ce qui facilite le stockage et la reprise en station.

Cependant, le chaulage rend également le matériau plastique plus difficile à mélanger que la boue seule. De ce point de vue, pour obtenir un mélange homogène, un compromis est à trouver entre la qualité optimale du mélange, la quantité optimale de chaux à ajouter et les performances des procédés industriels actuels. À ce titre, l'analyse d'image peut être un outil performant, facile à mettre en œuvre, permettant d'obtenir le mélange requis mais également permettant de prédire ses caractéristiques mécaniques. □



▲ Figure 10 – Évolution de l'adhésion d'une boue chaulée en fonction de la teneur en chaux. Les paramètres de l'équation (2) sont $\beta = 17.1$; $\gamma = 0.13$.



▲ Figure 11 – Relation entre le niveau de blanc des échantillons de boues chaulées et la force d'adhésion.

Remerciements

Les auteurs souhaitent remercier l'Ademe⁵ pour son soutien financier.

5. Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie.

Résumé

Le chaulage est la solution actuellement la plus utilisée pour stabiliser et hygiéniser les boues résiduelles. Pour garantir son efficacité, il est essentiel que le mélange obtenu entre la boue et la chaux vive soit le plus intime possible. Pourtant, dans la pratique, de nombreuses hétérogénéités sont observées (agglomérats de chaux, particules de boues non chaulées). Optimiser le procédé passe par une meilleure qualification des mélanges et une connaissance accrue de leurs caractéristiques mécaniques. Les résultats présentés ici permettent d'appréhender l'évolution des propriétés rhéologiques du matériau en fonction de la quantité de chaux ajoutée et en fonction du temps de stockage.

Abstract

Lliming is currently the most used way to stabilize sludge. To maintain a high level of efficiency, the blend must be as intimate as possible. In practice, however, there are a lot of heterogeneities such as lime agglomerate. Optimizing the process implies a better definition of blends and a deeper knowledge of mechanical properties. This paper intends to understand the evolution of rheological properties in relationship with lime concentration and storage time.

Bibliographie

- ASAE Standards, 1999, Norme S358.2 de l'American Society of Agricultural Engineers, St-Joseph, Michigan.
- EULA, 2004, *Le chaulage : un traitement performant pour le recyclage des boues résiduelles en agriculture*, Bruxelles.
- HIBBELER, R.-C., 1997, *Mechanics of Materials, Third Edition*, New Jersey, United States.
- MARKLUND, E., VARNA, J., WALLSTRÖM, L., 2006, Nonlinear viscoelasticity and viscoplasticity of flax/polypropylene composites, *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME* 128 (4), p. 527-536.