

Un test d'effondrement pour la mesure des caractéristiques rhéologiques de digestats de déchets solides

Denis Loisel¹, Guillaume Guizard¹, Diana Garcia-Bernet, Virginie Rossard¹,
Jean-Philippe Steyer¹, Renaud Escudie¹

Résumé

Un test d'effondrement a été développé pour mesurer les caractéristiques rhéologiques des digestats de déchets solides. En effet, l'hétérogénéité des matrices biologiques ainsi que la taille des solides ne permettent pas l'utilisation de rhéomètres conventionnels. Un capteur de déplacement permet d'enregistrer la dynamique d'effondrement de l'échantillon. Il est possible de mesurer le seuil de contrainte à partir de la hauteur finale du déchet. Nous avons démontré une forte corrélation entre cette grandeur et la teneur en eau du digestat.

Mots clés : rhéologie, digestion anaérobie déchets solides, seuil de contrainte

Introduction

La méthanisation des résidus organiques solides est une technique qui connaît une croissance et un engouement très important à l'heure actuelle, et la capacité de traitement des 120 principales installations atteignait 4 millions de tonnes par an en 2006 (De Baere, 2006). Ce procédé permet à la fois de réduire la masse des déchets (dépollution) et de produire du biogaz valorisable. Les technologies développées à l'échelle industrielle dépendent de la source du déchet et des conditions opératoires telles que la température ou la teneur en eau. Les systèmes sont dits de « digestion sèche » lorsque la masse de solide totale exprimée en pourcentage de matière sèche ($MS = \text{masse de matière sèche} / \text{masse de l'échantillon}$) est supérieure à 20%, ou de digestion humide lorsque $MS < 20\%$. Les installations de digestion sèche sont plus intéressantes industriellement, car elle nécessite un plus faible apport d'eau au déchet frais, ce qui permet de limiter la taille des installations. Même si des procédés industriels existent et sont commercialisés, leur mise en œuvre n'est pas sans poser quelques problèmes technologiques. En effet, les procédés de traitement des solides (ordures ménagères, déchets agricoles...) mettent en jeu des produits de consistance complexe et hétérogène, difficiles à manipuler à l'échelle d'une installation industrielle, et dont la teneur en eau est relativement faible (parfois inférieure à 60%). L'un des principaux verrous scientifique et technologique est l'absence de mesure et d'information permettant de caractériser le comportement rhéologique de ces digestats qui va conditionner l'efficacité du mélange dans les réacteurs.

Cependant, il existe peu de travaux concernant la caractérisation du comportement rhéologique des déchets solides digérés. Les travaux présentés par Battistoni et ses collaborateurs (Battistoni *et al.*, 1993, Battistoni, 1997 et Battistoni *et al.*, 1993, 2000) représentent les seules recherches dans ce domaine. La raison principale est que les déchets solides contenus dans les digesteurs sont des milieux complexes et hétérogènes, contenant une large distribution en taille des solides et pouvant contenir des particules de quelques

¹ Inra, Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement, 11100 Narbonne
✉ loisel@supagro.inra.fr ☎ 04 68 42 51 75 ou 04 68 42 51 73

centimètres. Par conséquent, les rhéomètres standards de type annulaire, conique ou plan ne peuvent être utilisés du fait de la distance entre les parois fixe et mobile de ces dispositifs, et à cause du faible volume d'échantillon testé. Battistoni (1997) a ainsi séparé les plus grosses particules de son échantillon pour analyser seulement le milieu contenant des solides inférieurs à 0,84 mm de diamètre. Cependant, la fraction de particules fines ne représente que de 60 à 90 % de la matière présente dans des digestats, et la représentativité de l'échantillon peut être questionnée.

L'objectif de ce travail a été de développer un système expérimental rapide et pratique pour la mesure des caractéristiques rhéologiques des digestats réels de déchets solides contenant des particules de tailles importantes. Une technique appelée « slump test » ou « test d'effondrement » a été développée dans ce projet.

1. Dispositif expérimental et principe de la mesure

1.1 Principe

Cette technique consiste à mesurer l'effondrement d'un déchet mis en mouvement par son propre poids (ou d'une manière alternative sous une masse additionnelle). La matrice est placée dans un premier temps dans un bol cylindrique ou conique surmonté généralement par un couvercle. Lorsque le bol est enlevé, la matrice se met en mouvement par gravité. La hauteur finale de l'amas est liée au seuil de contrainte, tandis que la dynamique d'effondrement permet d'obtenir des informations sur d'autres caractéristiques rhéologiques de la matrice.

1.2 Théorie : détermination des caractéristiques rhéologiques

Cette technique a initialement été développée dans l'industrie du béton dans une configuration conique. Elle a été modifiée par Ferraris et de Larrard (1998) dans une configuration cylindrique afin de mesurer le seuil de contrainte et la viscosité plastique de bétons frais. L'inconvénient majeur d'un test d'effondrement conventionnel est que l'effondrement est très faible voire inexistant si le seuil de contrainte de la matrice à tester dépasse une valeur critique. Baudez *et al.* (2002) ont adapté le test d'effondrement conventionnel en ajoutant une masse m_0 sur le couvercle pour la détermination des propriétés rhéologiques de boues pâteuses. La hauteur d'effondrement de la matrice notée s peut être reliée à la contrainte τ par la relation suivante:

$$s = H + z_0 - \frac{2\tau}{\rho g} \left(1 + \ln \left(\frac{\rho g (H + z_0)}{2\tau} \right) \right)$$

où H correspond à la hauteur initiale de la matrice, ρ est sa densité et z_0 est lié à la masse ajoutée m_0 par l'équation:

$$z_0 = \frac{m_0}{\rho \pi R^2}$$

avec R le diamètre du cylindre.

En comparant les résultats avec ceux réalisés sur des rhéomètres conventionnels, Baudez *et al.* (2002) ont démontré que la contrainte mesurée à partir de l'effondrement final correspondait au seuil de contraintes. De plus la dynamique d'effondrement, rapide au début de l'effondrement et lent à la fin, permet de déterminer une seconde contrainte critique correspondant à la transition entre un régime d'écoulement purement visqueux et un régime visco-plastique. Baudez (2002) a défini cette transition au point d'effondrement caractérisé par :

$$\frac{\partial(s/H)}{\partial t} = 1$$

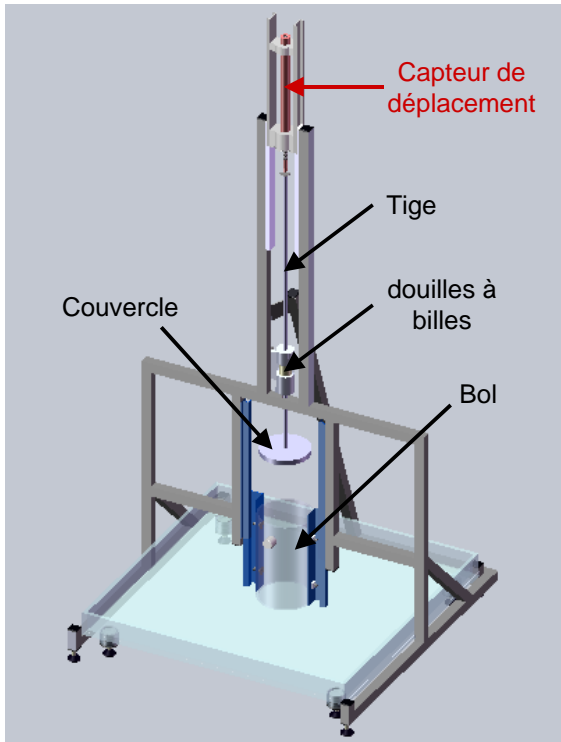


Figure 1a. Etape 1 – Remplissage.

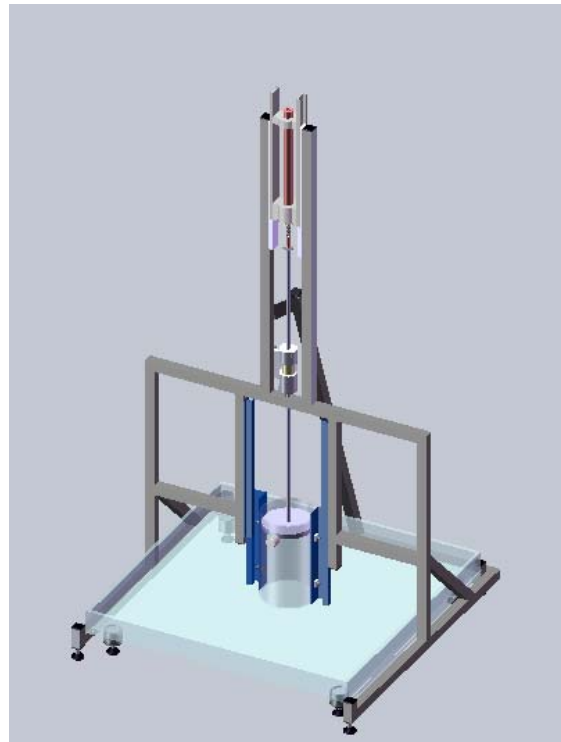


Figure1b. Etape 2 – Mise en position du dispositif pour la mesure.

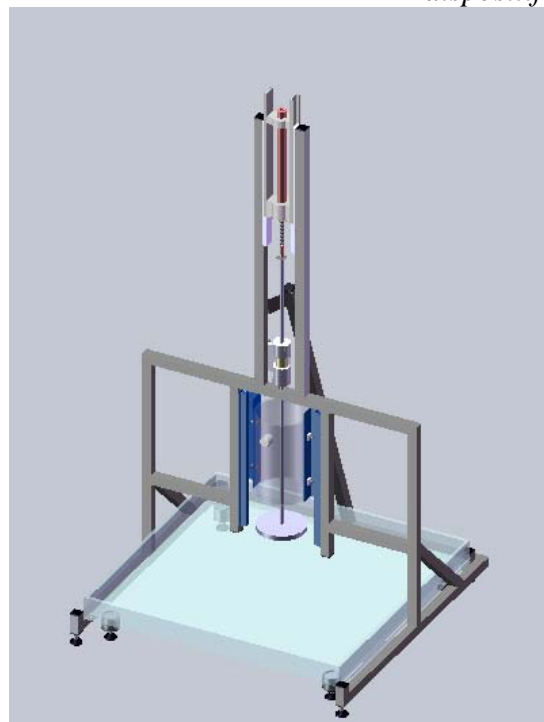


Figure 1c. Etape 3 – Lancement de la mesure.

1.3 Dispositif expérimental

1.3.1 Appareil de mesure

Le développement et la construction du dispositif expérimental ont été réalisés au laboratoire. L'objectif était de disposer d'un appareil de mesure robuste, permettant

l'acquisition automatique de l'effondrement de la matrice biologique. Ceci a été réalisé par l'incorporation d'un capteur de déplacement.

La **Figure 1a** présente le dispositif expérimental dans son étape de remplissage. Le bol où est placé l'échantillon à tester est constitué d'un cylindre de PVC de 10 cm de diamètre interne et de 18 cm de hauteur. Sa capacité est d'environ 1 litre. Il est placé sur une glissière qui permet un mouvement vertical lors du lancement du test d'effondrement (**Figure 1b et c**).

Le couvercle, constitué d'un disque de 9,8 cm de diamètre, est fixé sur une tige guidée par translation grâce à deux douilles à billes : le guidage est un organe important du dispositif, car il doit également générer de faibles frottements.

Un capteur de déplacement inductif (DS150-S, Solartron Metrology, France), positionné en haut du dispositif, est en contact avec la tige grâce à un pointeur. Il possède une course de 15 cm et permet de mesurer l'effondrement avec une erreur de 0,01mm. Le capteur est fixé sur une glissière afin de permettre le remplissage du bol. Il revient dans sa position basse lors de la mesure.

Un châssis en acier inoxydable permet d'aligner les différents organes. Il est placé sur des pieds permettant d'ajuster l'horizontalité de l'installation.

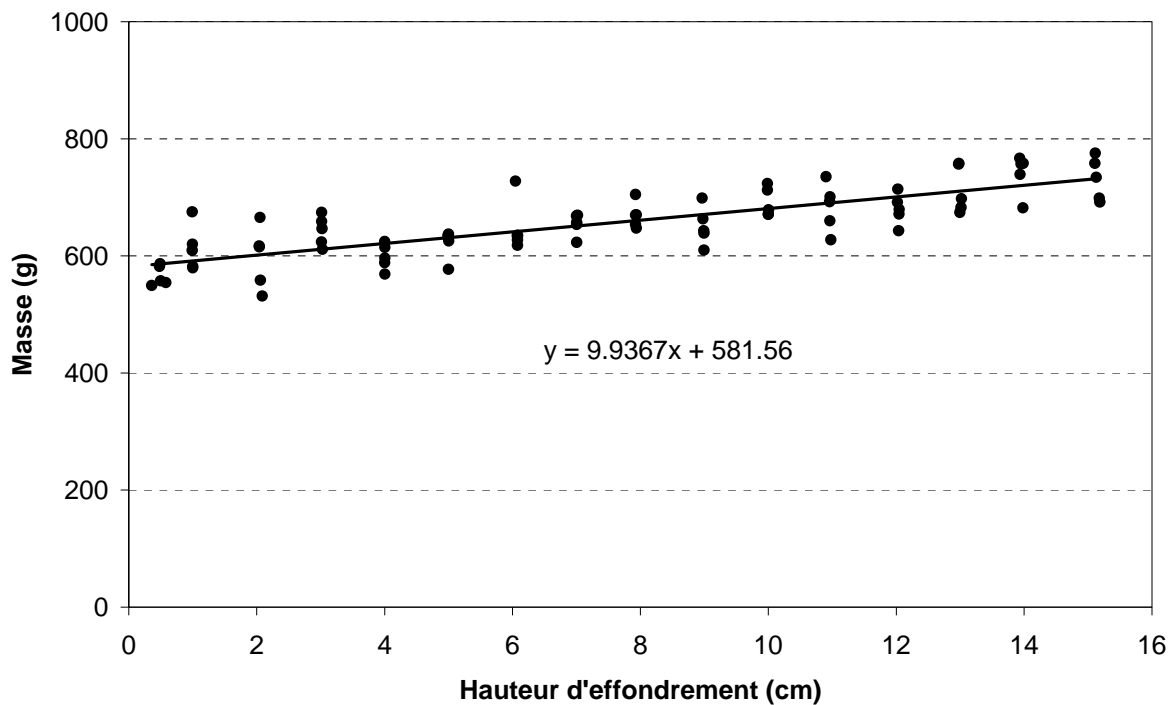


Figure 2. Masse du « chapeau » en fonction de sa position verticale.

1.3.2 Acquisition et traitement des données

L'acquisition des données a été effectuée avec un module de conversion analogique-numérique (Solartron Orbit, Solartron Metrology, France) à une fréquence allant jusqu'à 3.9 kHz. Un logiciel d'acquisition a été développé avec le langage C (gcc version 3.4) et le logiciel R (version 2.6) sous Windows (version XP). Il permet le dialogue avec le module Orbit, le stockage des données au format ASCII et le tracer graphique en temps réel, toutes les 0,03 s, des courbes de hauteur de la matrice biologique en fonction du temps. Ce programme permet également de superposer et de comparer des courbes de tests antérieurs.

1.3.3 Répétabilité

Le guidage et les frottements liés au déplacement de la tige sont responsables des erreurs de répétabilité de la mesure. Un moyen d'estimer cette erreur a été de mesurer la

masse du couvercle et de la tige au cours de son déplacement (**Figure 2**) par l'intermédiaire d'une balance de précision. La dépendance de la masse apparente en fonction de la hauteur du couvercle est liée à la présence d'un ressort sur le capteur de déplacement qui permet le contact entre celui-ci et la tige du couvercle. Un écart type moyen des points expérimentaux par rapport à la corrélation moyenne de 4,08% a été obtenu grâce à l'équation suivante :

$$\sum_N \frac{\sqrt{(m_{\text{exp}}^2 - m_{\text{corrélation}}^2)}}{N}$$

2. Résultats

Des campagnes de mesure ont été réalisées sur des digestats de déchets solides provenant de digesteurs industriels par voie sèche. Ces matrices contenaient des particules de tailles importantes (quelques centimètres), excluant ainsi des mesures sur des rhéomètres conventionnels.

La **Figure 3** présente le seuil de contrainte d'un digestat de déchet ménager en fonction de sa teneur en matière sèche. Le digestat réel contient environ 22% de MS, et des centrifugations successives ont permis d'enlever des fractions d'eau. Il est clairement observé une forte dépendance du seuil de contrainte à la teneur en eau du digestat. Sa valeur passe de 250 à plus de 1500 Pa (facteur 6) lorsque le pourcentage de matière sèche augmente de 22 à 35%. Ainsi, le dimensionnement des organes d'alimentation des déchets solides et de mélange des digesteurs doit être adapté à la teneur en eau des matrices biologiques. Pour chaque teneur en matière sèche, 6 mesures ont été réalisées. La répétabilité est inférieure à 10%.

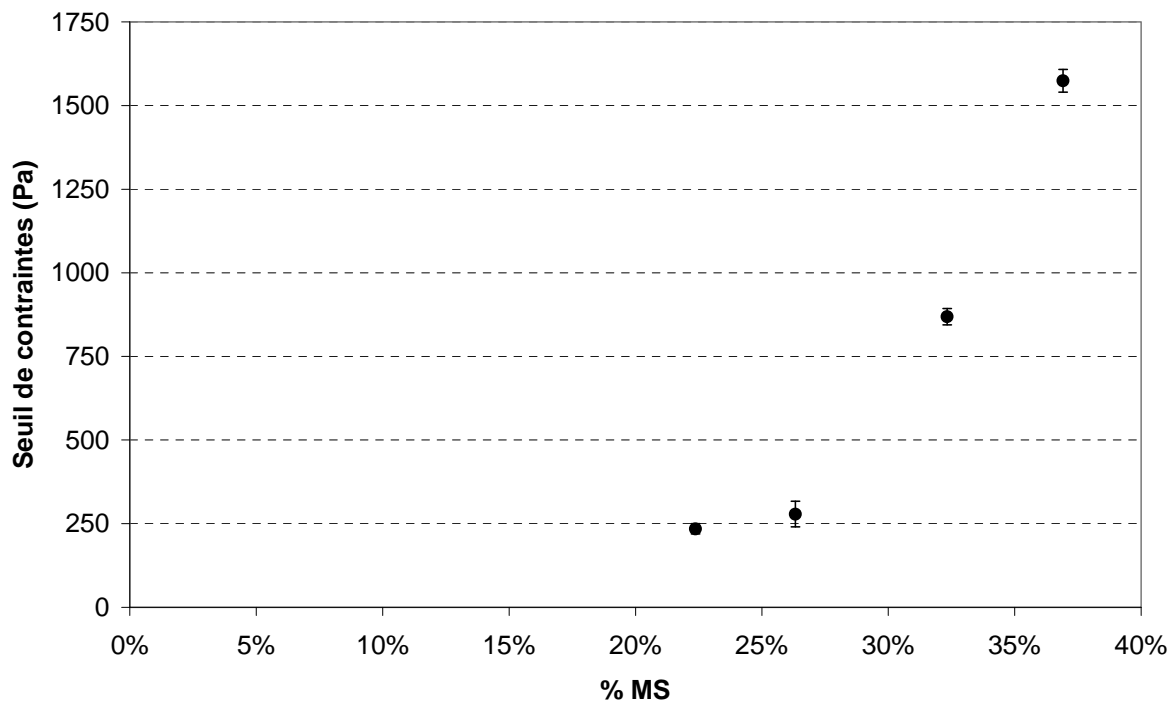


Figure 3. Variation du seuil de contrainte en fonction de la teneur en matière sèche d'un digestat de déchet solide.

2.1 Détermination du seuil de contrainte

Les quatre digestats de déchets solides utilisés pour la mesure de l'état de l'eau et un digestat provenant d'un pilote de méthanisation par voie sèche du laboratoire ont été analysés. L'allure globale des courbes d'effondrement fait apparaître deux zones au comportement

distinct (**Figure 4**) : une zone d'écoulement rapide en début d'expérience (temps inférieur à quelques secondes) et une zone d'écoulement plus lent. Comme le décrit Baudez *et al.* (2002) dans les cas de boues biologiques, ce type d'effondrement est caractéristique des fluides viscoélastiques.

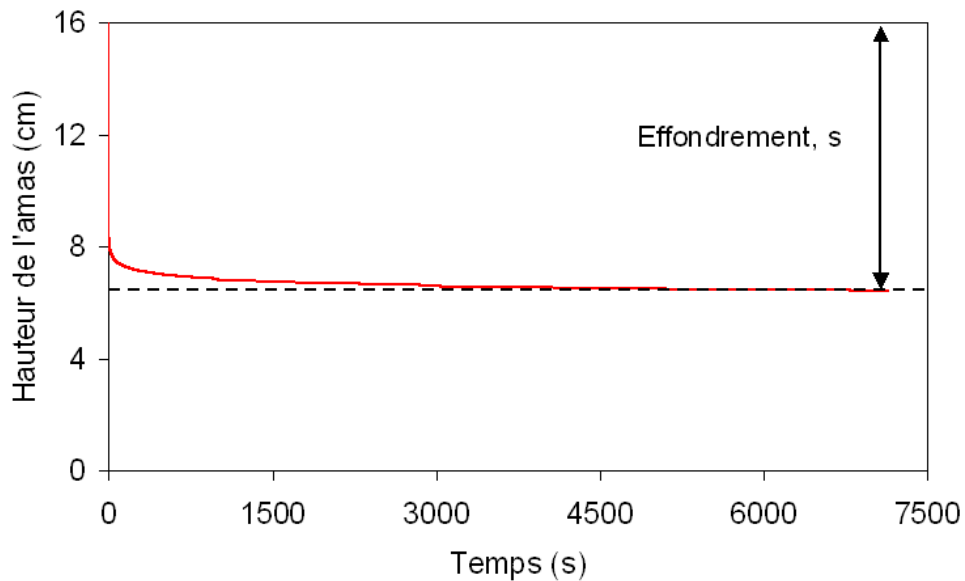


Figure 4. Courbe caractéristique de l'effondrement des digestats de déchets solides.

Un temps d'expérimentation de 2h a été fixé pour déterminer la valeur de l'asymptote de la courbe d'effondrement, et donc le seuil de contrainte des digestats. Les seuils de contraintes et les teneurs en matières sèches associées aux digestats sont reportés sur la **Figure 3** : il varie entre 200 et 800 Pa.

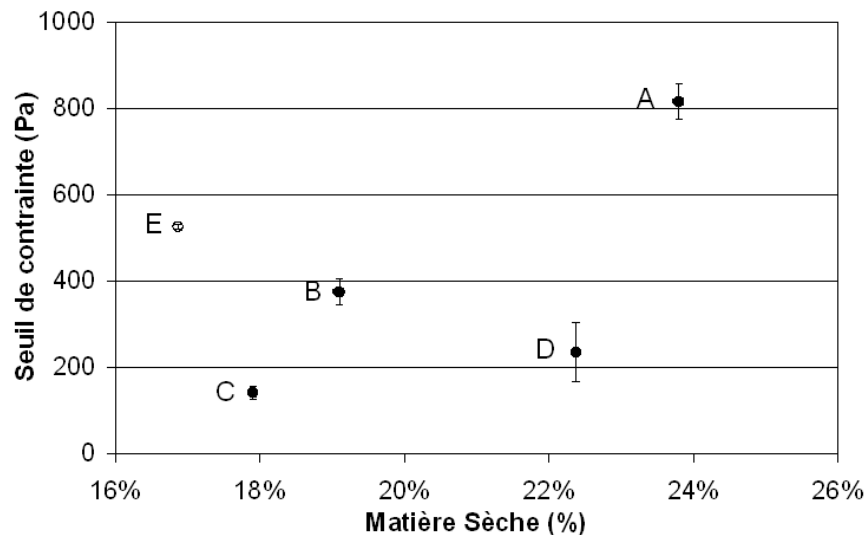


Figure 5. Seuil de contrainte pour des digestats de déchets solides.

La reproductibilité des mesures est supérieure à 92%. Il est difficile de comparer ces résultats avec la littérature car peu de travaux existent dans ce domaine. Par rapport aux boues résiduaire urbaine concentrées (100 à 200 Pa pour des teneurs en matières sèches de l'ordre

de 20% ; Baudez et al., 2002), l'ordre de grandeur du seuil de contrainte des digestats de déchets solides est respecté. Battistoni (1997) et Battistoni *et al.* (1993) ont mesuré les seuils de contrainte de différents types de déchets digérés uniquement sur la fraction la plus fine de la matrice (<0,841 mm). Ils ont ainsi mesuré un seuil de contrainte de 102 et 90 Pa pour deux FFOM digérés contenant respectivement 25,2 et 16,9% de MS.

2.2 Effet de la teneur en eau et de la taille des agrégats

L'effet de la teneur en eau a été étudié en centrifugeant les digestats B et D pour obtenir, respectivement, un taux de matière sèche de 28,4 et 36,9% (**Fig.6**). Il n'a pas été possible d'utiliser le test d'effondrement pour des teneurs en eau plus importantes : en effet, lorsqu'une forte pression est appliquée, le milieu pâteux perd sa cohésion et l'amas se désintègre, ce qui rend impossible la détermination de la hauteur finale de l'effondrement. La figure 6 montre clairement une forte dépendance de la teneur en MS sur le seuil de contrainte, et une équation de type exponentielle peut être établie entre ces deux paramètres. Ce type de relation a été observé par Battistoni (1997) et Battistoni *et al.* (1993) entre le seuil de contrainte et la teneur en matière volatile. Cette forte dépendance de la rhéologie avec la teneur en eau doit être prise en compte pour le design et le fonctionnement des digesteurs. En effet, dans la gamme de teneur en eau de la digestion sèche, une augmentation du taux de matière sèche de 5 points entraîne un doublement du seuil de contrainte.

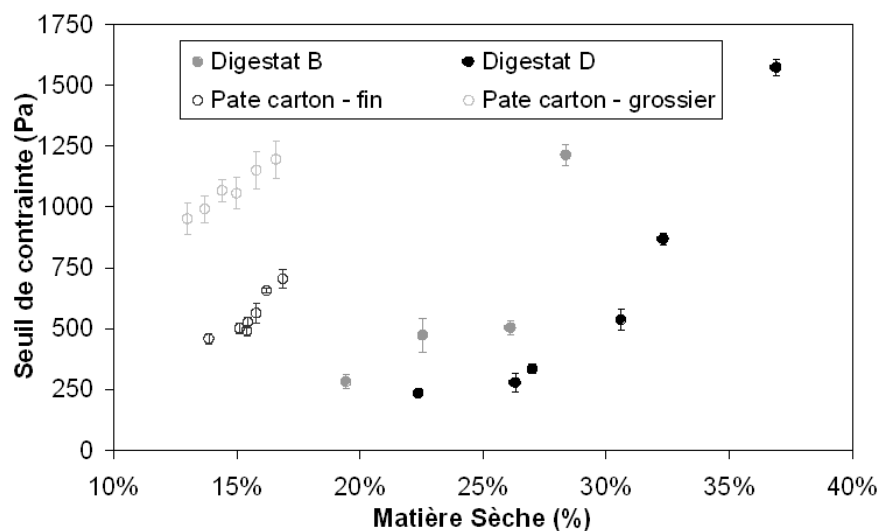


Figure 6. *Seuil de contrainte des digestats et des pâtes en carton en fonction de la teneur en matières sèches*

Afin de connaître l'influence de la taille des agrégats, deux pâtes de cartons ont été confectionnées, soit en coupant des morceaux (1 cm environ), soit par broyage mécanique (< 1mm). La **Figure 6** montre le seuil de contrainte de ces deux pâtes pour différentes teneurs en MS. La taille des particules est ainsi un facteur primordial, puisque le seuil de contrainte de la pâte la plus fine est globalement deux fois moins important. Une réduction de la taille des solides permet donc une meilleure fluidité de ce type de matrice. En plus d'augmenter la biodégradabilité et le potentiel méthane, un pré-traitement mécanique de type broyage peut aussi améliorer l'efficacité du mélange et du pompage des déchets et des digestats, et entraîner une réduction des coûts de fonctionnement des pompes et des mélangeurs.

La **Figure 6** permet également de constater l'importance de l'origine du déchet sur le seuil de contrainte. Un seuil d'environ 1000 Pa est mesuré pour la pâte de carton à 15% de

MS, alors qu'il est atteint pour le digestat D à 35% de MS. Une analyse plus complète des digestats (biochimique, physico-chimique granulométrique) est ainsi nécessaire.

3. Conclusions et perspectives

Un dispositif expérimental, « slump test », a été développé et construit au laboratoire pour permettre la caractérisation du comportement rhéologique des digestats réels de déchets solides contenant des particules de tailles importantes. A partir de la courbe d'effondrement, nous pouvons observer le comportement viscoélastique des digestats. De plus, à partir de la hauteur finale de l'effondrement, le seuil de contrainte peut être estimé analytiquement. En fonction du type de digestats et du site industriel de prélèvement, il est compris entre 200 et 800 Pa. La teneur en matières sèches possède un rôle clef dans la valeur de cette grandeur rhéologique. La taille des agrégats possède également une influence significative, et des milieux caractérisés par des particules plus fines sont caractérisés par des seuils de contraintes inférieurs.

Ce travail a donc permis de développer un système de mesure utile au niveau académique pour améliorer la compréhension de la structure physique des digestats. Des informations complémentaires à cet article peuvent être trouvées dans la publication de Garcia-Bernet *et al.* (2011). Au niveau industriel, cette technique est capable de mesurer rapidement la « consistance » des milieux de digestion, ce qui devrait permettre aux exploitants de mieux contrôler les réacteurs de digestion par voie sèche.

Références bibliographiques

Baere (de) L (2006) Will anaerobic digestion of solid waste survive in the future? *Water Science and Technology*, 53(8), 187-194.

Battistoni P (1997) Pre-treatment, measurement execution procedure and waste characteristics in the rheology of sewage sludges and the digested organic fraction of municipal solid wastes. *Water Science and Technology*, 36(11), 33-41.

Battistoni P, Fava G, Stanzini C, Cecchi F, Bassetti A (1993). Feed characteristics and digester operative conditions as parameters affecting the rheology of digested municipal solid-wastes. *Water Science and Technology*, 27(2), 37-45.

Battistoni P, Pavan P, Mata-Alvarez J, Prisciandaro M, Cecchi F (2000). Rheology of sludge from double phase anaerobic digestion of organic fraction of municipal solid waste. *Water Science and Technology*, 41(3), 51-59.

Baudez JC, Chabot F, Coussot P (2002). Rheological interpretation of the slump test. *Applied Rheology*, 12, 133-141.

Ferraris CF, de Larrard F (1998). Modified slump test to measure rheological parameters of fresh concrete. *Cement Concrete and Aggregates*, 20(2), 241-247.

Garcia-Bernet D, Loisel D, Guizard G, Buffière P, Steyer JP, Escudie R (2011). Rapid measurement of the rheological properties of anaerobically digested solid waste using slump test. *Waste Management*, 31, 631-635.