

ARMINES - Centre RAPSODEE

Patricia Arlabosse, Marion Blanc, Dung Tran



**Rapport d'étude**

**Projet ANR- 10-BIOE-007**

**DIVA**

Programme BIOENERGIES 2010

**Tâche 4.1.1 - Evaluation technique et environnementale  
du séchage des digestats**

Livrables L4.1.1.1



## TABLE DES MATIERES

1. Introduction .....	7
2. Rappels théoriques sur le séchage .....	8
2.1 Modes de séchage.....	9
2.1.1 Séchage par entraînement.....	9
2.1.2 Séchage par ébullition .....	10
2.1.3 Impact du mode de séchage sur l'hygiénisation.....	10
2.2 Notion de teneur en eau.....	11
2.2 L'eau dans le solide.....	11
2.3 Courbe de Krisher .....	13
2.4 Méthode de la courbe caractéristique de séchage .....	14
3. Choix des modes de séchage.....	15
4. Caractérisation de la liaison eau-solide.....	16
4.1 Matériel et méthodes .....	16
4.2 Résultats .....	17
5. Séchage convectif sous air chaud (ou par entraînement) .....	18
5.1 Matériel et méthodes .....	18
5.1.1 Boucle de séchage .....	18
5.1.2 Protocole et conditions opératoires .....	19
5.2 Caractéristique de séchage des digestats .....	20
5.2.1 Caractéristique de séchage d'Agri2.....	20
5.2.1.1 Influence des conditions opératoires .....	20
5.2.1.2 Identification de $X_c$ et de $X_e$ .....	22
5.2.1.3 Caractéristique de séchage d'Agri2.....	23
5.2.2 Caractéristique de séchage de TERR .....	25
5.2.3 Caractéristique de séchage de BIOD.....	26
5.2.4 Caractéristique de séchage d'OMR.....	27
5.2.5 Caractéristique de séchage de Agri1 .....	28
5.2.6 Utilisation des caractéristiques de séchage pour le dimensionnement.....	29
6. Séchage par contact avec agitation.....	29
6.1 Matériel et méthodes .....	29
6.1.1 Maquette batch de séchage par contact avec agitation.....	29
6.1.2 Pilote continu de séchage par contact avec agitation .....	30
6.1.3 Protocole opératoire .....	34

6.2 Cinétique de séchage par contact avec agitation de TERR .....	34
7. Influence du séchage sur la composition du digestat .....	37
7.1 Teneur en carbone .....	37
7.1.1 Matériel et méthodes .....	37
7.1.2 Résultats .....	38
7.2 Teneur en azote .....	39
7.2.1 Matériel et méthodes .....	39
7.2.1.1 Dosage de l'azote Kjeldahl .....	39
7.2.1.2 Dosage de l'azote ammoniacal .....	39
7.2.2 Résultats .....	39
7.3 Cinétique des émissions carbonées et azotées.....	42
7.3.1 Matériel et méthodes .....	42
7.3.2 Par analyse de la phase gazeuse .....	43
7.3.3 Par analyse des échantillons solides.....	44
7.4 Pathogènes.....	45
7.4.1 Matériel et méthodes .....	45
7.4.2 Résultats .....	46
7.5 Métaux lourds.....	47
7.5.1 Matériel et méthodes .....	47
7.5.2 Résultats .....	48
8. Conclusion.....	49

---

## NOMENCLATURE

A	Constante	(-)
$a_w$	Activité de l'eau	(-)
B	Constante	(-)
HR	Humidité relative de l'air	(%)
$k_y$	Coefficient de transfert de matière	(kg/ m <sup>2</sup> .s)
m	Masse	(kg)
$m_{eau}$	Masse d'eau	(kg)
$m_{produit}$	Masse du produit	(kg)
$m_s$	Masse de solide anhydre	(kg)
$n_v$	Flux masse	(kg d'eau/ m <sup>2</sup> .s)
$n_{v,B}$	Flux masse en phase isenthalpe	(kg d'eau/ m <sup>2</sup> .s)
P	Pression totale	(Pa)
$p_{pa}$	Pression partielle d'air	(Pa)
$p_v$	Pression partielle de vapeur	(Pa)
$p_{vsat}$	Pression de vapeur saturante	(Pa)
$p_{v, surf}$	Pression partielle de vapeur à la surface du matériau	(Pa)
S	Siccité	(%)
S	Surface d'échange dans l'équation (7)	(m <sup>2</sup> )
T	Température sèche	(°C)
t	Temps	(s)
$t_{constante}$	Durée de la phase isenthalpe	(min)
$t_{ralentissement}$	Durée de la phase de ralentissement	(min)
$t_{total}$	Durée totale de séchage	(min)
V	Vitesse de l'air	(m/s)
X	Teneur en eau, exprimée sur base sèche	(kg d'eau/kg MS)
$X_c$	Teneur en eau critique, exprimée sur base sèche	(kg d'eau/kg MS)
$X_e$	Teneur en eau à l'équilibre, exprimée sur base sèche	(kg d'eau/kg MS)
$\bar{X}$	Teneur en eau adimensionnée	(-)
Y	Humidité absolue de l'air	(kg d'eau/kg AS)
$Y_{sat}$	Humidité absolue de l'air à saturation	(kg d'eau/kg AS)

### Lettres grecques

$\alpha$	Constante	(-)
$\beta$	Constante	(-)
$\gamma$	Constante	(-)



# 1. Introduction

Le séchage thermique s'applique aux digestats solides issus de la séparation de phase. Il permet de (i) réduire la teneur en eau du produit, et donc le volume de produit à stocker et à transporter, (ii) de stabiliser le produit et de réduire les nuisances olfactives lors du stockage et, parfois, (iii) d'hygiéniser le produit. L'un des enjeux majeurs pour le développement d'une filière durable de valorisation de digestats solides en produits fertilisants concerne les pertes en azote par volatilisation au cours du séchage. Il convient de les réduire, d'une part, pour limiter la perte de la valeur fertilisante des digestats et, d'autre part, pour réduire la pollution de l'air. La composition du produit, la technologie de séchage et les conditions de fonctionnement du procédé ont a priori une influence sur les émissions gazeuses au cours du séchage. Un second enjeu important pour le développement d'une filière durable de valorisation de digestats solides en produits fertilisants concerne l'utilisation rationnelle de l'énergie dans le procédé de séchage, dont une partie provient de la valorisation de la chaleur fatale récupérée sur le moteur de cogénération. Pour cela, les conditions de séchage (débit d'air et température) et la teneur en eau finale attendue doivent être choisies judicieusement, au regard du comportement au séchage du matériau.

Ainsi, dans le cadre de DIVA, nous nous sommes donnés comme objectifs :

- d'évaluer le comportement de cinq digestats en séchage. L'étude du comportement au séchage a été abordée sous l'angle de la méthode de la « courbe caractéristique de séchage », qui permet de relier à chaque instant la vitesse de séchage à la teneur en eau du produit et aux conditions de fonctionnement d'une installation donnée. Si elle est établie dans des conditions de similitude, cette donnée est un prérequis pour le dimensionnement d'une installation de séchage et pour l'optimisation de son fonctionnement ;
- et de caractériser les impacts techniques et environnementaux de différents modes de gestion des procédés. Nous nous sommes plus particulièrement focalisées sur la teneur en carbone total, en azote, en micro-organismes pathogènes et en métaux lourds.

Ce premier livrable présente la méthodologie mise en œuvre pour caractériser le comportement en séchage et les émissions gazeuses. Les résultats sont présentés pour 5 digestats étudiés dans le cadre de DIVA, à savoir Agri1, Agri2, TERR, BIOD et OMR.

## 2. Rappels théoriques sur le séchage

Le séchage est une opération qui consiste à enlever par vaporisation tout ou partie d'un liquide imprégnant un corps humide. Le produit humide est habituellement représenté comme un mélange de deux constituants :

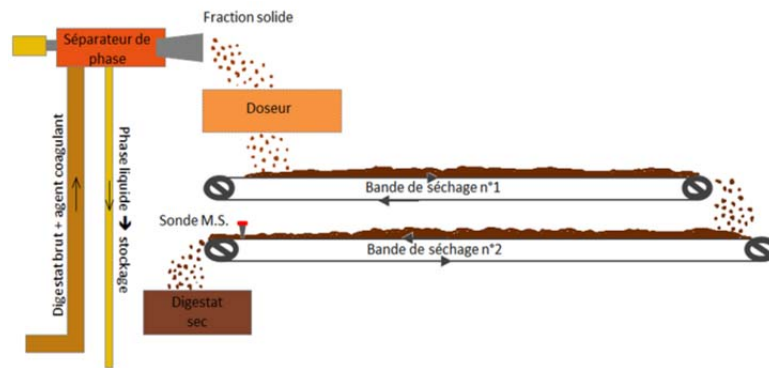
- ✓ la matière sèche, réputée non volatile, même si, en réalité, certains composés très volatiles autres que l'eau peuvent passer en phase gaz lors du séchage ;
- ✓ l'eau, dont une partie se vaporise au cours du séchage et quitte le produit sous forme de vapeur, entraînant une diminution de la masse totale de produit au cours du séchage.

Le séchage fait donc intervenir des *transferts couplés de chaleur et de matière*. Pour le séchage de digestats, deux technologies sont rencontrées (cf. Figure 1) :

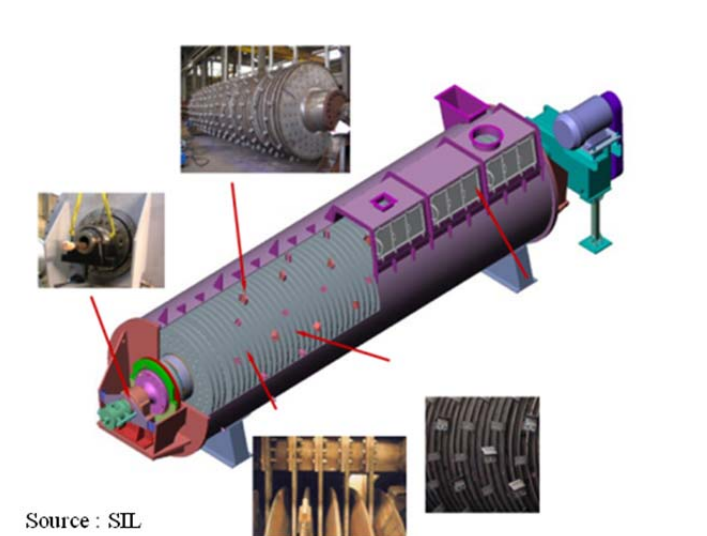
- ✓ les sècheurs à bandes. Le produit à sécher est déposé sur une ou plusieurs bandes transporteuses. L'apport de chaleur est réalisé par convection en faisant circuler l'air chaud au contact du solide humide. Si la couche de produit est suffisamment perméable (une perte de charge de l'ordre de 600 Pa est généralement considérée comme acceptable pour une épaisseur de produit variant de 2 à 15 cm), l'air et le produit circulent à courant croisé. Le cas échéant, l'air lèche la surface du produit, à co- ou à contre-courant ;
- ✓ et les sècheurs à disques. L'apport de chaleur est réalisé par conduction à partir d'une surface chauffée en contact avec le produit humide. Les sècheurs à disques se composent d'un stator, à double enveloppe, et d'un rotor constitué d'un ensemble de disques creux montés sur un arbre central également creux. Un fluide caloporteur (vapeur d'eau surchauffée ou huile thermique) à une température de l'ordre de 160 à 220°C est injecté dans la double enveloppe du stator et dans l'axe du rotor et distribué dans l'ensemble des disques. La partie supérieure du stator forme un dôme, dans lequel circule un gaz de balayage pour l'extraction de la vapeur d'eau émise au cours du séchage. Le produit humide est introduit en continu à une extrémité de l'installation, progresse jusqu'à l'extrémité opposée, où il est déchargé. Des racloirs, montés sur le stator, plongent entre les disques jusqu'à l'arbre, empêchant ainsi le produit de s'agglomérer autour du rotor. Des sabots ou de larges pâles, fixes ou



orientables, montés aux extrémités des disques assurent la progression du produit dans les directions longitudinale et radiale.



Source : WPS



Source : SIL

Figure 1 – Schémas de principe des séchoirs à bandes (en haut) et à disques (en bas)

## 2.1 Modes de séchage

Les mécanismes de migration de l'eau dans ces deux technologies sont sensiblement différents. On distingue ainsi le 'séchage par entraînement', rencontré dans les sécheurs à bandes opérant sous air, du 'séchage par ébullition' mis en œuvre dans les sécheurs à disques.

### 2.1.1 Séchage par entraînement

Dans le cas du séchage par entraînement, l'eau quitte le produit par un mécanisme de diffusion moléculaire dans la couche limite présente à la surface du produit. *Ce mode de séchage est typique du séchage convectif sous air chaud.* Lorsqu'un produit humide est placé dans un courant d'air suffisamment chaud et sec, il s'établit spontanément, entre ce corps et l'air, un écart de température et de pression partielle tel:

- ✓ qu'un transfert de chaleur s'effectue de l'air vers le produit sous l'effet de l'écart de température;
- ✓ et qu'un transfert de matière s'effectue en sens inverse du fait de l'écart de pression partielle, défini comme la différence entre la pression partielle de vapeur d'eau en équilibre avec la surface du produit,  $p_{v,surf}$ , et la pression partielle de vapeur d'eau dans l'air,  $pp_a$ .

Dans le cas du séchage par entraînement, on a ainsi :

$$pp_a < p_{v,surf} < P \quad (\text{Équation 1})$$

Où P est la pression totale ambiante.

La température du produit reste inférieure à la température d'ébullition.

### 2.1.2 Séchage par ébullition

Le séchage par ébullition se produit lorsque la température du produit est telle que la pression de vapeur de l'eau, notée  $p_v$ , est égale à la pression totale ambiante P :

$$p_v = P \quad (\text{Équation 2})$$

La vapeur est émise à la pression totale régnant dans l'enceinte et s'écoule vers l'extérieur sans résistance de diffusion externe. L'équation 2 implique l'absence de tout autre gaz que la vapeur d'eau dans l'atmosphère en équilibre avec le produit. Cette propriété a son importance puisqu'elle permet le séchage de produits oxydables ou l'élimination d'un solvant combustible en présence d'air. *La plupart des sècheurs conductifs fonctionnent à pression atmosphérique selon le mode du séchage par ébullition.*

### 2.1.3 Impact du mode de séchage sur l'hygiénisation

Contrairement au séchage par entraînement, où l'eau « libre » (cf. paragraphe suivant) est éliminée à la température de bulbe humide<sup>1</sup> de l'air, la vapeur d'eau est émise à 100°C lorsque le sècheur par ébullition fonctionne à pression atmosphérique et que l'eau est « libre ». Le mode de séchage et la pression de fonctionnement ont donc un impact sur la température du produit et, donc, sur l'aptitude du procédé à hyginéniser le produit.

---

<sup>1</sup> Température enregistrée par un thermomètre dont le bulbe est recouvert d'une mèche imprégnée d'eau.

## 2.2 Notion de teneur en eau

En séchage, plusieurs grandeurs sont utilisées pour quantifier la proportion d'eau dans le produit humide. Dans la suite de ce document, nous ferons référence à la teneur en eau exprimée sur base sèche. Cette grandeur, notée X, se calcule comme suit :

$$X = \frac{m_{\text{eau}}}{m_s} = \frac{m_{\text{produit}} - m_s}{m_s} \quad (\text{Équation 3})$$

Où  $m_{\text{eau}}$  est la masse d'eau,  $m_s$  la masse de matière sèche et  $m_{\text{produit}}$  la masse totale de produit. X s'exprime en kg d'eau/kg de matière sèche.

Nous utiliserons également la notion de siccité, définie comme suit :

$$S = \frac{m_s}{m_{\text{produit}}} = \frac{1}{1 + X} \quad (\text{Équation 4})$$

S s'exprime en pourcentage.

## 2.2 L'eau dans le solide

L'eau présente dans les digestats n'est ni 'pure', au sens qu'elle contient des solutés, ni 'libre' au sens qu'elle est plus ou moins liée à la matière sèche par différents types de liaison dites 'faibles' (liaisons capillaires, forces de Van der Waals, liaison polaire, solvatation des ions...). Son comportement est donc différent de celui de l'eau pure, les liaisons ayant pour effet d'abaisser la pression de vapeur d'eau,  $p_v$ , en équilibre avec le produit et donc d'abaisser le potentiel de séchage. Pour appréhender ces phénomènes et caractériser l'intensité des liaisons solide-eau, il est d'usage d'utiliser l'activité de l'eau,  $a_w$ . Elle se définit comme le rapport de la pression de vapeur d'eau en équilibre avec le produit avec la pression qu'aurait l'eau pure à la même température :

$$a_w = \left( \frac{p_v}{p_{\text{vsat}}}_T \right) \quad (\text{Équation 5})$$

Où  $p_{\text{vsat}}$  est la pression de vapeur saturante.  $a_w$  est sans dimension.

Cette grandeur dépend de la composition du produit, de sa teneur en eau et, dans une moindre mesure, de sa température.

L'isotherme de désorption est une courbe qui relie l'activité de l'eau, adsorbée à la surface du solide et en équilibre avec sa vapeur contenue dans l'atmosphère environnante, à la quantité d'eau adsorbée sur le solide en équilibre avec cette atmosphère,  $X_e$ . Classiquement, pour les

matériaux organiques, les isothermes de désorption sont de type II selon la classification de Brunauer et al. (1940), c'est-à-dire de forme sigmoïde (cf. Figure 2).

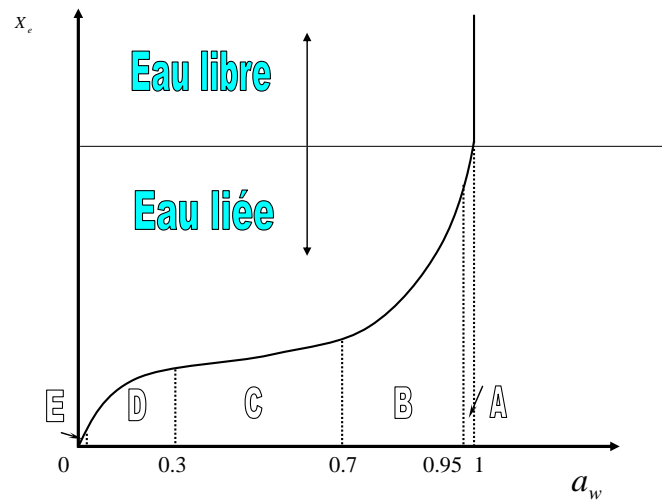


Figure 2– Allure des isothermes de type II

On distingue ainsi deux zones ayant une frontière plus ou moins bien délimitée : l'eau libre ( $a_w = 1$ ) et l'eau liée ( $a_w < 1$ ). Dans le domaine de l'eau liée, on trouve :

- ✓ **A** : l'eau osmotique, correspondant à la présence d'un soluté, pour  $0,95 \leq a_w \leq 1$
- ✓ **B** : l'eau emprisonnée dans les microcapillaires pour  $0,7 \leq a_w \leq 0,95$
- ✓ **C** : l'eau adsorbée (adsorption multicouche) pour  $0,3 \leq a_w \leq 0,7$
- ✓ **D** : l'eau adsorbée (adsorption monocouche) pour  $a_w \leq 0,3$
- ✓ **E** : l'eau chimisorbée.

La connaissance des isothermes de sorption permet :

- ✓ de prévoir la teneur en eau minimale susceptible d'être obtenue dans un air de séchage donné, caractérisé par la température T et son humidité relative HR ;
- ✓ de prédire l'évolution de la pression de vapeur d'eau à la surface du produit au cours du séchage, et donc de décrire les échanges de chaleur et de matière à l'interface air/produit en fin de séchage ;
- ✓ de prévoir, pour les produits fermentescibles, la teneur en eau à atteindre en fin de séchage pour inhiber les phénomènes microbiens et stabiliser<sup>2</sup> les produits.

<sup>2</sup> Si une diminution de la teneur en eau (telle que  $a_w < 0,6$ ) permet d'obtenir la stabilité microbiologique, le produit n'est pas pour autant stérile : la destruction des micro-organismes, appelée hygiénisation, dépend des caractéristiques du micro-organisme, de la température et du temps de séjour.

Un certain nombre de corrélations empiriques ont été développées pour modéliser les isothermes de sorption. Parmi celles-ci, le modèle d'Oswin, très souvent utilisé pour décrire les isothermes de désorption des boues résiduaires urbaines, est valable sur une large gamme d'activité de l'eau ( $0,1 < a_w < 0,9$ ). Il s'écrit :

$$X_e = A \cdot \left( \frac{a_w}{1 - a_w} \right)^B \quad (\text{Équation 6})$$

Où A et B sont deux constantes qui dépendent du matériau étudié.

### 2.3 Courbe de Krischer

Connaissant la teneur en eau initiale du produit, la mesure de la variation de masse du produit au cours du temps permet de calculer la teneur en eau à chaque instant,  $X=f(t)$ . Pour les matériaux fortement déformables, qui subissent un retrait important au cours du séchage, la courbe de Krischer s'obtient en représentant le flux masse,  $n_v$ , en fonction de la teneur en eau, X, avec :

$$n_v = - \frac{m_s}{S} \frac{dX}{dt} \quad (\text{Équation 7})$$

Où S est la surface d'échange entre le produit et le fluide caloporteur ( $m^2$ ).  $n_v$  s'exprime donc en  $kg \text{ d'eau} / m^2 \cdot s$ .

Lorsque les conditions de séchage sont maintenues constantes au cours du temps, l'allure typique de cette courbe de Krischer est présentée sur la Figure 3.

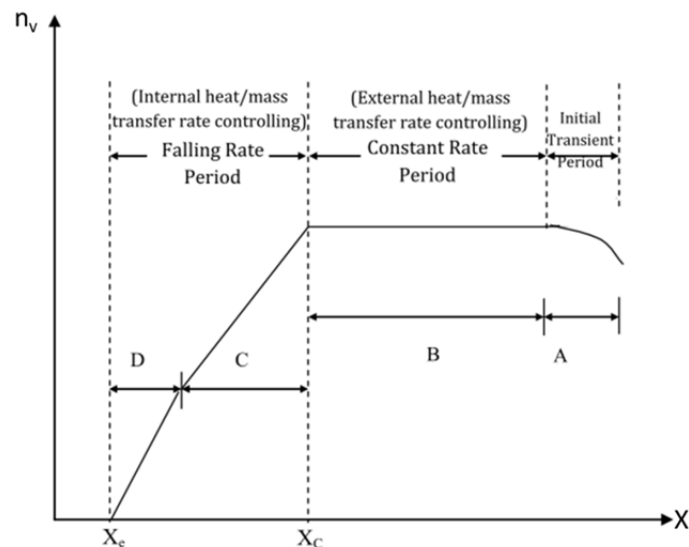


Figure 3– Courbe de Krischer en conditions externes constantes autour du produit

Cette courbe comporte trois phases :

- ✓ une phase, A, de mise en température dont la durée est négligeable lorsque la surface spécifique du produit est grande ;
- ✓ une phase (si elle existe) qui se caractérise par un flux masse,  $n_v$ , constant (phase B sur le schéma). On parle de séchage en « phase isenthalpe ». L'activité de l'eau à la surface du matériau,  $a_{ws}$ , est égale à 1, ce qui signifie que la surface du produit est saturée en eau libre et que la température de cette surface est la température de bulbe humide (caractéristique de l'air de séchage uniquement). Dans ces conditions, seules les conditions externes (par exemple, température, humidité et vitesse de l'air pour le séchage convectif sous air chaud) imposent la vitesse de séchage,  $-dX/dt$ . Cette phase peut durer assez longtemps, surtout si les conditions de séchage sont suffisamment douces pour permettre une continuité de la phase liquide dans le milieu ;
- ✓ une phase de ralentissement (phases C&D sur le schéma), rencontrée dès lors que  $a_{ws}$  devient inférieure à 1. La surface n'étant plus saturée en eau, la pression de vapeur à la surface du matériau diminue, et même si la température du produit augmente, les potentiels de transfert de matière et de chaleur, et donc  $n_v$ , diminuent. Ceci indique que les transferts internes d'eau, du centre du produit vers la surface, deviennent limitants. La teneur en eau à partir de laquelle  $a_{ws}$  devient inférieure à 1, est appelée teneur en eau critique,  $X_c$ .

Si l'on poursuit le séchage indéfiniment, le matériau finira par atteindre l'équilibre thermodynamique et les échanges de chaleur et de matière s'arrêteront. La teneur en eau à l'équilibre,  $X_e$ , serait alors donnée par l'isotherme de désorption du produit à la température finale, commune à l'air et au produit.

## 2.4 Méthode de la courbe caractéristique de séchage

Les conditions de séchage idéales évoquées ci-dessus (conditions externes constantes autour du produit) restent une situation d'étude, en général assez différente des conditions mises en œuvre dans un séchoir industriel. En effet, dans une installation industrielle, les propriétés de l'air évoluent au contact du produit. Un modèle est donc indispensable pour concevoir une installation de séchage ou simuler le fonctionnement d'un procédé donné.

L'approche la plus simple à mettre en œuvre est dérivée de celle de Van Meel (1958). La méthode dite de « la courbe caractéristique de séchage » consiste à multiplier les

expérimentations de séchage en ambiance contrôlée (conditions de température, d'humidité et vitesse d'écoulement constantes autour du produit) dans des conditions représentatives d'un séchage réel, et en particulier avec un matériau de même forme et taille que dans l'installation réelle. Les différentes courbes de Krischer obtenues sont ensuite normalisées en divisant le flux masse par le flux masse en phase isenthalpe (c-à-d la phase B),  $n_v/n_{v,B}$ , et en remplaçant la teneur en eau, X, par  $\bar{X} = (X - X_c)/(X_c - X_e)$ . Ces courbes normalisées sont ensuite tracées sur un même graphique. Le changement de variable conduit à une courbe unique, appelée courbe caractéristique de séchage, qui se prête à la modélisation. On peut ainsi calculer à chaque instant le flux masse, comme suit :

$$n_v = f(\bar{X}) n_{v,B} \quad (\text{Équation 8})$$

La fonction f prend en compte les propriétés du produit tandis que le terme  $n_{v,B}$  est lié au design du sécheur et aux conditions de séchage.

Certains auteurs proposent de paramétrer  $n_{v,B}$  en fonction de la température T, de la vitesse d'écoulement V et de l'humidité absolue Y de l'air, comme suit pour Jannot et al. (2004) :

$$n_{v,B} = A T^\alpha V^\beta Y^\delta \quad (\text{Équation 9})$$

ou comme suit pour Léonard et al. (2005)

$$n_{v,B} = \alpha T + \beta V + \delta Y \quad (\text{Équation 10})$$

Il est également possible d'exprimer  $n_{v,B}$  en fonction de l'humidité absolue de l'air saturé à la surface du matériau,  $Y_{sat}$ , celle de l'air à l'extérieur de la couche limite, Y, et d'un coefficient de transfert de matière  $k_Y$ , calculé à partir de corrélations de la littérature ou identifié expérimentalement.

$$n_{v,B} = k_Y (Y_{sat} - Y) \quad (\text{Équation 11})$$

### 3. Choix des modes de séchage

Comme mentionné ci-dessus, deux technologies (cf. Figure 1) sont plus particulièrement utilisées pour le séchage des digestats. Pour la mise en œuvre d'un séchoir à disques, le digestat doit être pompable et exempt d'inertes de granulométrie élevée. Pour le séchage sur tapis, la perméabilité de la couche de digestat conditionne le mode de circulation de l'air dans l'installation (à courant croisé ou par léchage à co/contre-courant). Une mise en forme par

extrusion peut éventuellement être réalisée avant l'introduction du digestat dans l'installation de séchage, sous réserve que celui-ci soit exempt d'inertes. Compte tenu de la structure initiale des digestats (liquide, pâteux, fibreux, solide) et de la présence d'inertes dans certains d'entre eux (cf. livrables 3.1 et 3.2 sur la caractérisation des digestats), différents modes de séchage et conditions opératoires ont été mis en œuvre (cf. Tableau 1).

Tableau 1– Choix des modes de séchage et conditions de mise en œuvre

	$S_{\text{initiale}}$ (%)	$X_{\text{initiale}}$ (kg/kg)	Séchage convectif sous air			Séchage par contact avec agitation
			Extrusion	Léchage	Flux traversant	
Agri1	26,1	2,83			x	
Agri2	20,9	3,78			x	
TERR	22,7	3,40	x		x	x
BIOD	40,6	1,46			x	
OMR	30,3	2,30		x		

## 4. Caractérisation de la liaison eau-solide

### 4.1 Matériel et méthodes

L'analyse est réalisée à l'aide d'un appareil de Sorption Dynamique de Vapeur (DVS) de la société Surface Measurement System®. Le principe de la DVS (cf. Figure 4) consiste à mélanger, dans certaines proportions, deux courants gazeux dans une chambre thermostatée. Pour produire un gaz à taux d'humidité stable et contrôlé, le premier courant est d'abord saturé en humidité puis ce gaz humide saturé est mélangé au gaz sec. Le gaz ainsi conditionné est ensuite utilisé comme gaz de balayage dans une thermobalance. Le balayage permet d'augmenter les transferts de chaleur et de matière à la surface du matériau et donc de diminuer les temps de mise à l'équilibre.

Les analyses ont été réalisées à 25°C. Une référence est placée dans un des creusets en quartz de la thermobalance, l'échantillon à analyser est placé dans le 2<sup>ème</sup> creuset. Les deux côtés de la balance sont balayés par le flux de gaz conditionné à l'humidité relative souhaitée. Des sondes d'humidité et de température, placées juste sous les nacelles contenant l'échantillon et



la référence, permettent de vérifier l'humidité relative et la température. Enfin, la tête de la microbalance est balayée par un flux constant de gaz sec pour éviter tout problème de dérive ou d'instabilité du signal de masse, qui résulterait d'une accumulation d'humidité à cet endroit. Les paliers d'humidité relative à étudier sont préprogrammés par l'utilisateur. Pour une humidité relative donnée, la variation de masse de l'échantillon au cours du temps est enregistrée. L'utilisateur programme deux critères d'arrêt : une durée maximale sur le palier et une valeur de la dérivée de la masse au cours du temps ( $dm/dt$ ), en dessous de laquelle l'équilibre thermodynamique est supposé atteint. Lorsque le premier des deux critères est atteint, la consigne d'humidité relative bascule vers la valeur préprogrammée suivante.

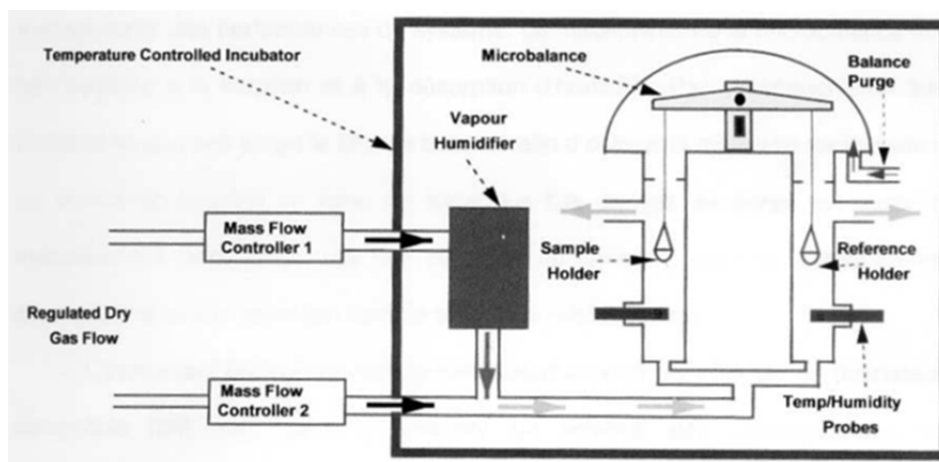


Figure 4– Schéma de principe de la DVS

Dans le cadre de cette étude, les critères suivants ont été imposés :

- ✓ Une durée maximale de 3000 minutes pour les paliers à 90 et 95% d'humidité relative et de 500 minutes pour les autres paliers ;
- ✓ Un critère d'équilibre  $dm/dt = 0,0002\%/min$ .

Le modèle d'Oswin (cf. paragraphe 2.2, équation 6) a ensuite été utilisé pour ajuster les résultats expérimentaux.

## 4.2 Résultats

L'isotherme de désorption du digestat Agri2 est proposée sur la Figure 5. Comme attendu, cette isotherme est de forme sigmoïde et le matériau est fortement hygroscopique. Il en est de même pour les quatre autres digestats.

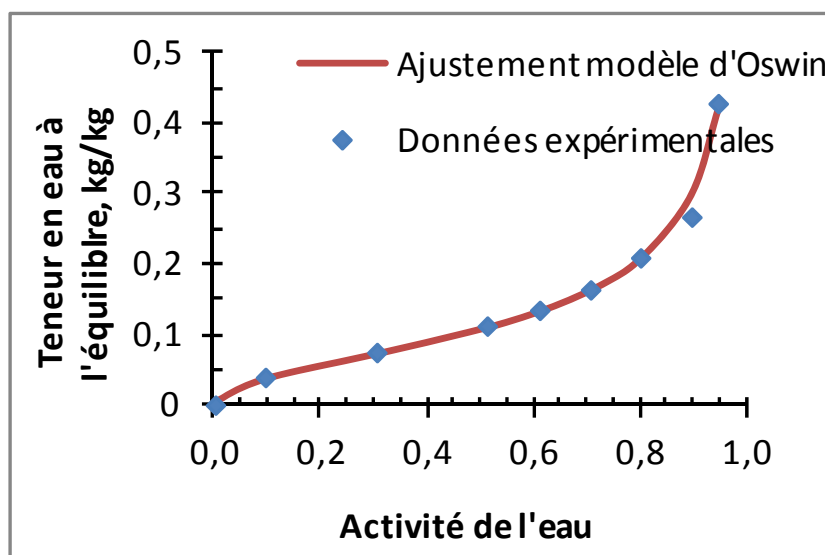


Figure 5- Isotherme de désorption du digestat Agri2

Les valeurs des coefficients A et B, apparaissant dans le modèle d'Oswin, sont reportées dans le Tableau 2 pour les cinq digestats.

Tableau 2- Valeurs des coefficients A et B du modèle d'Oswin

	A	B
Agri1	0,089	0,519
Agri2	0,106	0,474
TERR	0,110	0,461
BIOD	0,046	0,430
OMR	0,046	0,592

## 5. Séchage convectif sous air chaud (ou par entraînement)

### 5.1 Matériel et méthodes

#### 5.1.1 Boucle de séchage

Les expériences de séchage convectif, en conditions externes constantes autour du produit tout au long de l'essai, ont été réalisées dans une boucle de séchage fermée (cf. Figure 6). Deux cellules de séchage sont disponibles :

- ✓ *Cellule de séchage en flux traversant* : Une couche de 7 à 11 cm de digestat est déposée sur une grille perforée de 15 cm de diamètre. Le flux d'air traverse verticalement, de haut en bas pour éviter l'entraînement des fines ;
- ✓ *Cellule de séchage par léchage* : Une couche de 1 cm de produit est déposée sur un support métallique plein. Le flux d'air horizontal vient lécher la surface du produit à sécher.

Les deux cellules sont montées sur des pesons. Un système d'acquisition permet de suivre la perte de masse du produit au cours du temps. Les conditions d'ambiance (température, humidité relative et vitesse d'écoulement de l'air) sont également enregistrées.

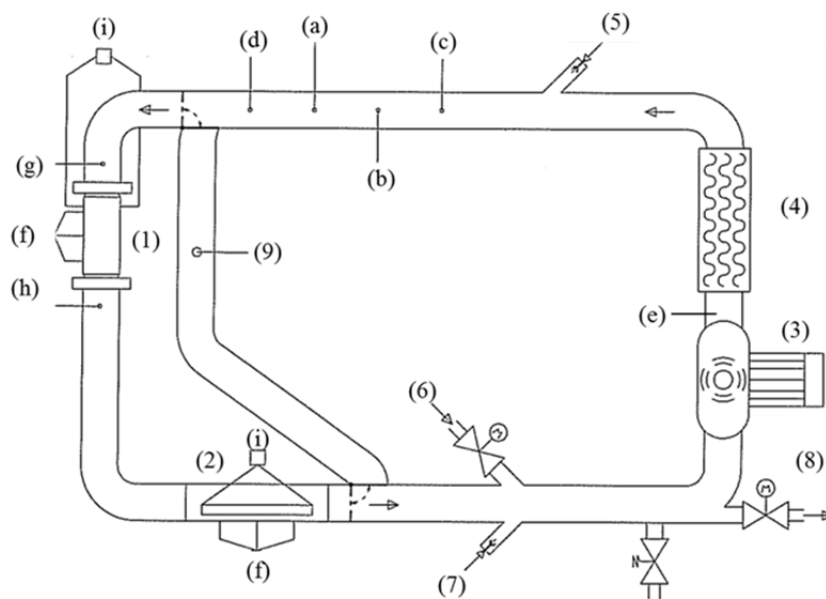


Figure 6: Schéma de la boucle de séchage : (1) cellule en flux traversant, (2) cellule de léchage, (3) ventilateur, (4) résistances électriques, (5) injection de vapeur d'eau surchauffée, (6) admission d'air neuf, (7) injection de vapeur d'eau saturée, (8) extraction des buées, (9) bypass. *Instrumentation* : (a) capteur d'humidité relative, (b) capteur d'oxygène, (c) anémomètre, (d) capteur de température (régulation), (e) capteur de température (air), (f) capteur de température (produit), (g) capteur de pression (régulation), (h) capteur de pression, (i) capteurs de force.

### 5.1.2 Protocole et conditions opératoires

Les digestats solides ont été conservés à 4°C en chambre froide, après réception. La teneur en eau des digestats solides humides a été déterminée par séchage en étuve à 105°C pendant 24h (cf. valeurs dans le Tableau 1). Seul TERR a été extrudé sous forme de cylindres de 12 mm de diamètre. Ce diamètre est classiquement utilisé pour mettre en forme les boues résiduaires

urbaines avant leur séchage sur tapis. Pour chaque expérience, une masse initiale de l'ordre de 0,5 kg a été utilisée.

Pour réaliser les différents essais de séchage en conditions externes constantes, trois températures de consigne (70, 90 et 140°C), deux humidités absolues (0,0104 et 0,0223 kg d'eau/kg air sec) et deux vitesses d'écoulement d'air en amont de la cellule de séchage (1 et 2 m/s) ont été sélectionnées. Les niveaux de température ont été choisis en fonction des pratiques industrielles et des utilités disponibles sur les unités de méthanisation territoriale et à la ferme.

## 5.2 Caractéristique de séchage des digestats

La méthodologie présentée au paragraphe 2.4 est détaillée au paragraphe 5.2.1 pour le digestat Agri2. Seules les courbes caractéristiques et l'expression de la fonction  $f$  (cf. équation 10) sont ensuite présentées pour les quatre autres digestats (Agri1, TERR, BIOD et OMR).

### 5.2.1 Caractéristique de séchage d'Agri2

#### 5.2.1.1 Influence des conditions opératoires

Les Figures 7 à 9 présentent respectivement l'influence de la température, de l'humidité absolue et de la vitesse d'écoulement de l'air sur la cinétique de séchage du digestat Agri 2. Comme attendu, une augmentation de la température et/ou de la vitesse de l'air réduit significativement le temps de séchage. Dans la plage de fonctionnement sélectionnée, l'humidité absolue n'a pas d'influence sur la cinétique de séchage.

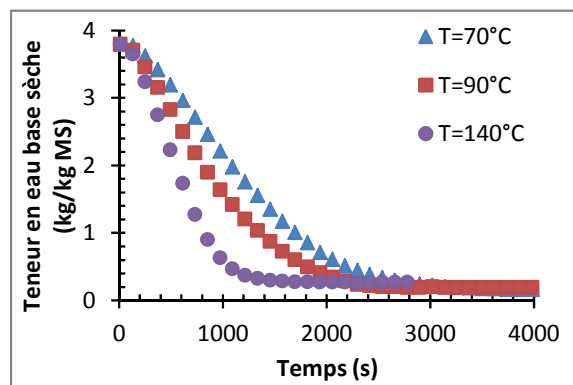


Figure 7– Influence de la température de l'air sur la cinétique de séchage du digestat Agri2 pour  $Y=0,0104$  kg eau/kg d'air sec et  $V=1$  m/s

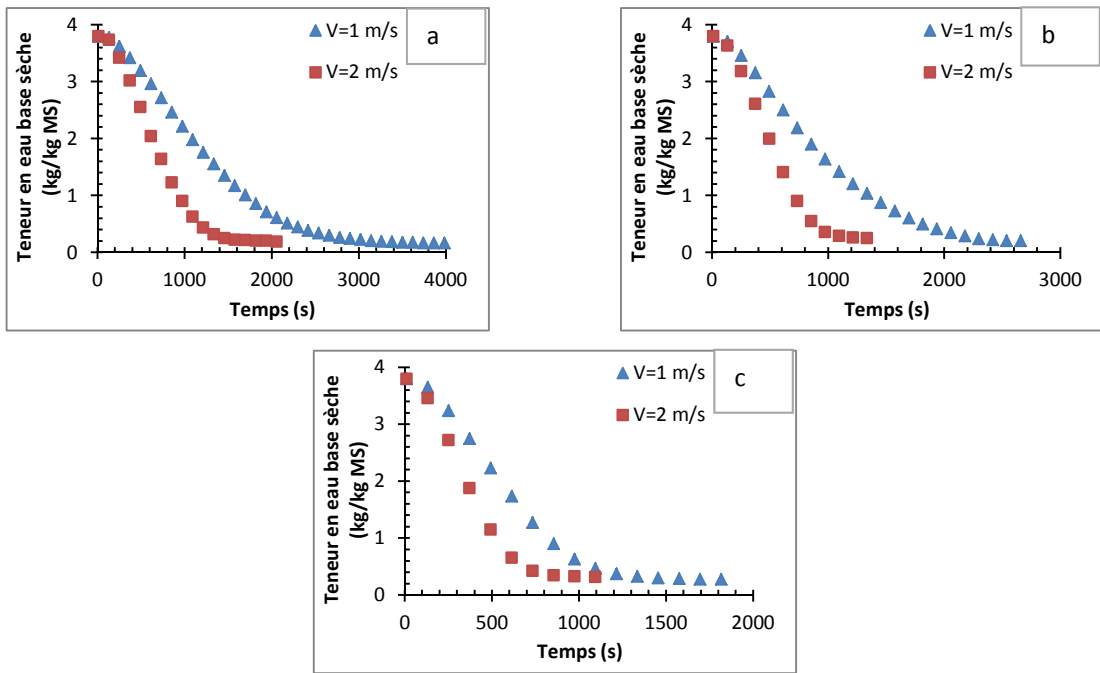


Figure 8 – Influence de la vitesse de l’air sur la cinétique de séchage du digestat Agri2 pour  $Y=0,0104$  kg eau/kg d’air sec et  $T=70^{\circ}\text{C}$  (a),  $90^{\circ}\text{C}$  (b) et  $140^{\circ}\text{C}$  (c)

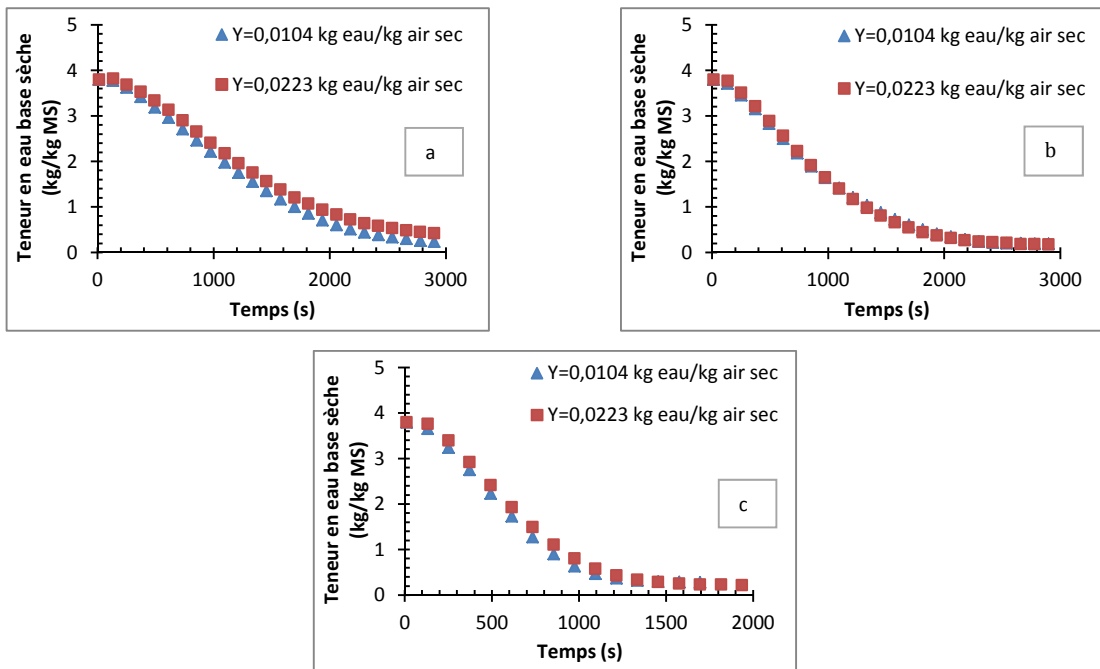


Figure 9 – Influence de l’humidité absolue sur la cinétique de séchage du digestat Agri2 pour  $V=1$  m/s et  $T=70^{\circ}\text{C}$  (a),  $90^{\circ}\text{C}$  (b) et  $140^{\circ}\text{C}$  (c)

### 5.2.1.2 Identification de $X_c$ et de $X_e$

Connaissant les cinétiques de séchage, on peut ensuite construire une courbe analogue (cf. Figure 10) à celle de Krischer, qui représente la vitesse de séchage,  $-dX/dt$ , en fonction de la teneur en eau,  $X$ . En effet, le digestat étant introduit en vrac dans la cellule de séchage, la surface d'échange digestat/air n'est pas connue et le calcul du flux masse est impossible.

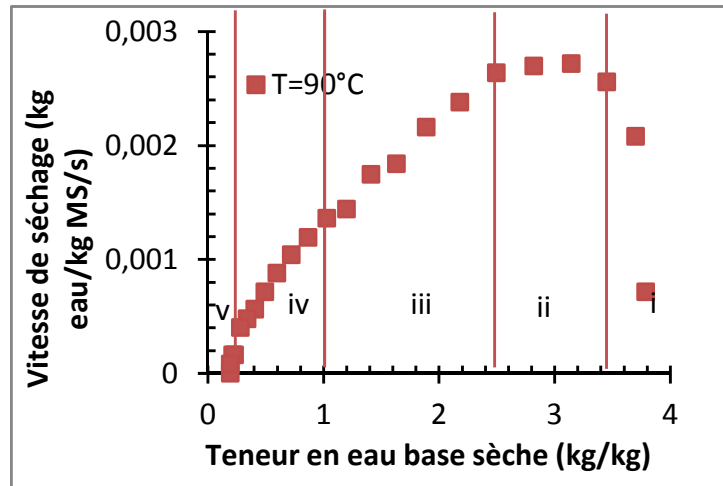


Figure 10 – Courbe de Krischer du digestat Agri2 pour  $T=90^{\circ}\text{C}$ ,  $Y=0,0104$  kg eau/kg d'air sec et  $V=1$  m/s

La courbe obtenue est sensiblement différente de celle présentée sur la Figure 3. Elle peut être divisée en cinq parties:

- ✓ une phase de mise en température dans laquelle la température du digestat et la vitesse d'évaporation d'eau augmente ;
- ✓ un plateau où la vitesse de séchage est constante et la température de surface du digestat est proche de la température de bulbe humide, indiquant que la surface est saturée en eau ;
- ✓ une troisième phase où la vitesse de séchage diminue mais pendant laquelle la température de surface du digestat reste proche de la température de bulbe humide. Le matériau reste donc hors du domaine hygroscopique et la diminution de la vitesse de séchage est attribuée à la diminution de la surface d'échange, résultant du retrait volumique ;
- ✓ A partir de  $X_c=1$  kg/kg, le matériau entre dans le domaine hygroscopique. On observe alors deux périodes successives dans la phase de ralentissement (phases iv et v).

L'identification de la teneur en eau de transition entre la phase de séchage à densité de flux évaporatoire constante et la phase de ralentissement,  $X_c$ , est un peu subjective. Elle correspond à une rupture de pente sur la courbe  $-dX/dt=f(X)$  mais il est difficile de l'identifier avec précision. Pour chaque cinétique, la valeur de  $X_c$  a été estimée, aussi précisément que possible. Par ailleurs, la teneur en eau de transition eau libre/eau liée a été extrapolée à partir du modèle d'Oswin. Les valeurs ont été comparées et, finalement, c'est la valeur de la teneur en eau de transition eau libre/eau liée qui a été retenue pour calculer  $\bar{X}$ .

Si la durée de l'expérience est suffisamment longue, un équilibre est atteint et les échanges de chaleur et de matière s'arrêtent. Cet équilibre est caractérisé par une vitesse de séchage nulle (c-à-d  $-dX/dt=0$ ). La teneur en eau du matériau à l'équilibre,  $X_e$ , est normalement donnée par l'isotherme de désorption du produit à la température finale, commune à l'air et au produit. Comme les mesures en DVS ne peuvent pas être réalisées à température élevée, la teneur en eau à l'équilibre a été identifiée par extrapolation de la courbe  $-dX/dt=f(X)$ , comme le montre la Figure 11.

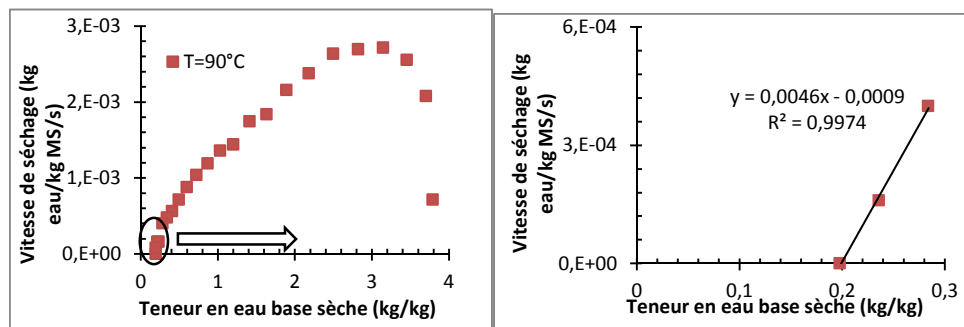


Figure 11– Détermination de la teneur en eau à l'équilibre

### 5.2.1.3 Caractéristique de séchage d'Agri2

Les grandeurs caractéristiques de chaque cinétique de séchage sont regroupées dans le Tableau 3. Il s'agit de :

- ✓ la vitesse maximale de séchage ;
- ✓ la teneur en eau critique  $X_{c, \text{exp}}$ , identifiée à partir de la cinétique, et la teneur en eau finale  $X_{\text{fin exp}}$  ;
- ✓ la teneur en eau à l'équilibre,  $X_e$  ;
- ✓ la durée de la phase de séchage à densité de flux évaporatoire constante,  $t_{\text{constante}}$  ;
- ✓ la durée de la phase de ralentissement,  $t_{\text{ralentissement}}$  ;
- ✓ le temps total de séchage.

Tableau 3 – Paramètres caractéristiques des cinétiques de séchage d'Agri2

T (°C)	Y (kg/kg)	V (m/s)	$\left(-\frac{dX}{dt}\right)_{max}$ *10 <sup>3</sup>	X <sub>c,exp</sub> (kg/kg)	X <sub>fin,exp</sub> (kg/kg)	X <sub>e</sub> (kg/kg)	t <sub>constante</sub> (min)	t <sub>ralentissement</sub> (min)	t <sub>total</sub> (min)
70	0,0104	1	2	0,7	0,16	0,125	30	26	56
70	0,0223	1	2	0,64	0,26	0,214	38	28	66
70	0,0104	2	4,2	0,90	0,18	0,195	16	18	34
70	0,0223	2	3,6	0,92	0,19	0,189	16	14	30
90	0,0104	1	2,7	1,03	0,19	0,196	22	24	46
90	0,0223	1	2,8	1,16	0,16	0,18	20	28	48
90	0,0104	2	5,1	0,899	0,24	0,25	12	14	26
90	0,0223	2	4,9	0,573	0,17	0,12	16	8	24
140	0,0104	1	4,3	0,897	0,27	0,275	14	18	32
140	0,0223	1	4,2	0,803	0,22	0,226	16	16	32
140	0,0104	2	7	1,147	0,28	0,305	8	16	24

La courbe caractéristique du digestat Agri2 est représentée sur la Figure 12. La teneur en eau adimensionnée a été calculée en prenant une valeur de X<sub>c</sub> égale à 0,94 kg d'eau/kg de matière sèche.

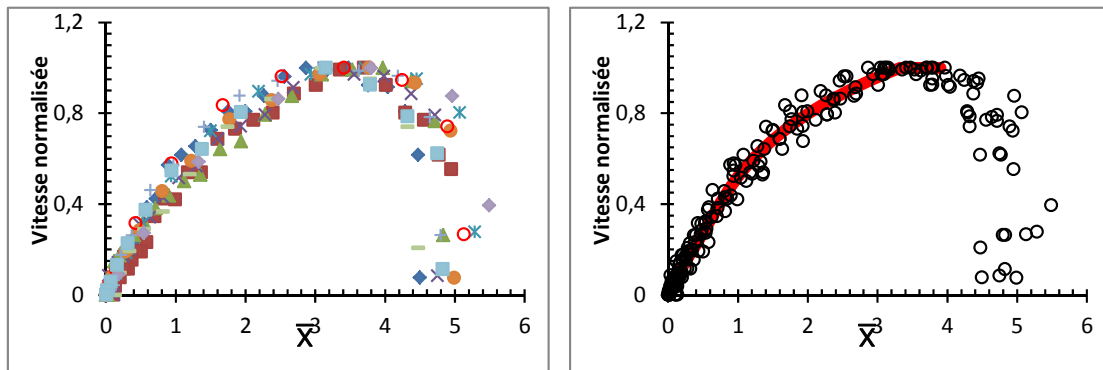


Figure 12 – Courbe caractéristique d'Agri2

On peut ainsi identifier la fonction  $f(\bar{X})$ . On a ainsi :

$$\begin{aligned}
 f(\bar{X}) &= 1 && \text{pour } 3,3246 < \bar{X} && \text{(Équation 10)} \\
 f(\bar{X}) &= 0,3986 \ln(3,6966 \bar{X}) && \text{pour } 0,7658 < \bar{X} < 3,3246 \\
 f(\bar{X}) &= 0,5206 \bar{X} + 0,0161 && \text{pour } 0 < \bar{X} < 0,7658
 \end{aligned}$$



## 5.2.2 Caractéristique de séchage de TERR

Les grandeurs caractéristiques de chaque cinétique de séchage sont regroupées dans le Tableau 4. Pour déterminer la caractéristique de séchage présentée sur la Figure 13, une valeur de 0,92 a été retenue pour la teneur en eau critique.

Tableau 4 – Paramètres caractéristiques des cinétiques de séchage de TERR

T (°C)	Y (kg/kg)	V (m/s)	$\left(-\frac{dX}{dt}\right)_{max}$ *10 <sup>3</sup>	X <sub>c,exp</sub> (kg/kg)	X <sub>fin,exp</sub> (kg/kg)	X <sub>e</sub> (kg/kg)	t <sub>constante</sub> (min)	t <sub>ralentissement</sub> (min)	t <sub>total</sub> (min)
70	0,0104	1	0,99	0,966	0,12	0,11	80	175	255
70	0,0223	1	0,94	1,02	0,13	0,11	75	155	230
90	0,0104	1	1,06	0,997	0,16	0,10	60	85	145
90	0,0223	1	1,12	1,1	0,18	0,15	55	95	150
140	0,0104	1	1,61	1,17	0,13	0,14	30	50	80
140	0,0223	1	1,61	0,97	0,16	0,158	35	50	85
70	0,0104	2	1,17	1,12	0,15	0,125	55	105	160
70	0,0223	2	1,47	1,05	0,11	0,143	45	95	140
90	0,0104	2	1,55	0,85	0,12	0,125	45	65	110
90	0,0223	2	1,47	0,90	0,13	0,121	50	60	110
140	0,0104	2	2,18	0,81	0,22	0,217	25	25	50

L'allure de la caractéristique de séchage est très proche de celle habituellement constatée pour les boues résiduaires urbaines, avec néanmoins un court palier isenthalpe.

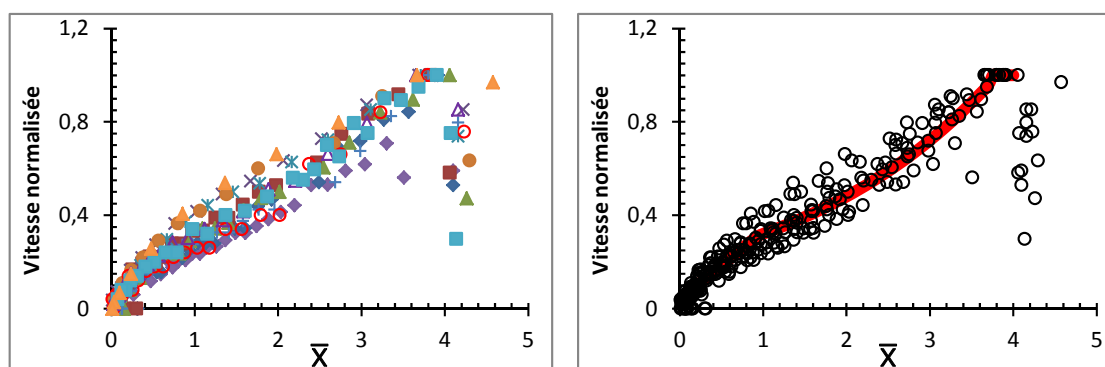


Figure 13 – Courbe caractéristique de TERR

On peut ainsi identifier la fonction  $f(\bar{X})$ . On a ainsi pour :

$$f(\bar{X})=1 \quad \text{pour } 3,7545 < \bar{X} \quad (\text{Équation 11})$$

$$f(\bar{X})=0,2183 \exp(0,4053 \bar{X}) \quad \text{pour } 0,9718 < \bar{X} < 3,7545$$

$$f(\bar{X})=0,2943 \bar{X} + 0,0377 \quad \text{pour } 0 < \bar{X} < 0,9718$$

### 5.2.3 Caractéristique de séchage de BIOD

L'humidité absolue n'ayant que très peu d'influence sur la cinétique de séchage dans la plage de fonctionnement sélectionnée, une seule valeur de Y a été utilisée pour les expériences sur BIOD. Les grandeurs caractéristiques de chaque cinétique de séchage sont regroupées dans le Tableau 5.

Tableau 5 – Paramètres caractéristiques des cinétiques de séchage de BIOD

T (°C)	Y (kg/kg)	V (m/s)	$\left(-\frac{dX}{dt}\right)_{max}$ *10 <sup>3</sup>	X <sub>c,exp</sub> (kg/kg)	X <sub>fin,exp</sub> (kg/kg)	X <sub>e</sub> (kg/kg)	t <sub>constante</sub> (min)	t <sub>ralentissement</sub> (min)	t <sub>total</sub> (min)
70	0,0104	1	0,87	0,35	0,058	0,07	30	110	140
70	0,0223	1	0,77	0,25	0,065	0,07	40	85	125
90	0,0223	1	0,98	0,3	0,074	0,055	32	58	90
140	0,0223	1	1,76	0,38	0,064	0,09	18	62	80
70	0,0223	2	1,31	0,27	0,045	0,057	25	100	125
90	0,0223	2	1,68	0,325	0,089	0,07	18	46	64
140	0,0223	2	2,71	0,24	0,069	0,06	12	18	30

La courbe caractéristique de BIOD est présentée sur la Figure 14.

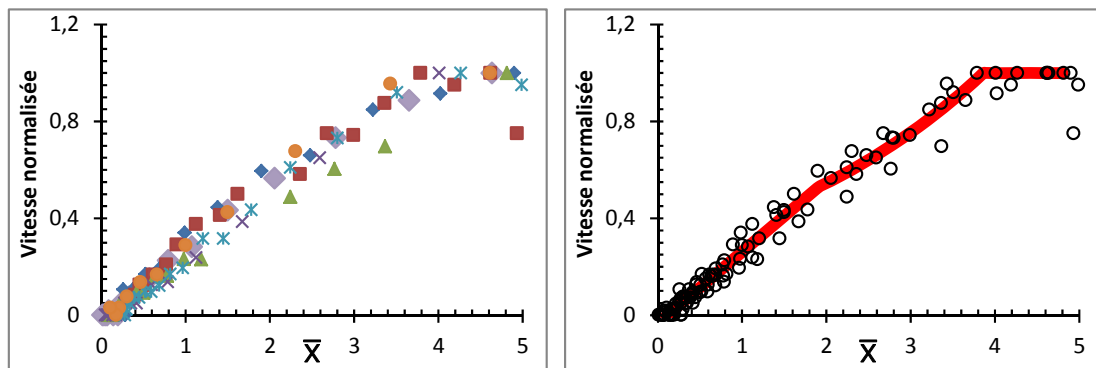


Figure 14 – Courbe caractéristique de BIOD

Une valeur de 0,33 a été retenue pour la teneur en eau critique. La fonction  $f$  s'écrit ainsi :

$$f(\bar{X}) = 1 \quad \text{pour } 3,8618 < \bar{X} \quad (\text{Équation 12})$$

$$f(\bar{X}) = 0,2841 \exp(0,3258 \bar{X}) \quad \text{pour } 1,9032 < \bar{X} < 3,8618$$

$$f(\bar{X}) = 0,2950 \bar{X} - 0,0332 \quad \text{pour } 0 < \bar{X} < 1,9032$$

### 5.2.4 Caractéristique de séchage d'OMR

Les grandeurs caractéristiques de chaque cinétique de séchage sont regroupées dans le Tableau 6. La courbe caractéristique du digestat OMR est présentée sur la Figure 15. Une valeur de 0,7 a été retenue pour la teneur en eau critique. Les données de masse étant bruitées (effet de la pression sur le dispositif de pesée), la teneur en eau à l'équilibre n'a pas pu être calculée par extrapolation de la courbe  $-dX/dt = f(X)$ . Elle a été calculée à partir de l'isotherme de désorption mesurée à 25°C.

Tableau 6 – Paramètres caractéristiques des cinétiques de séchage d'OMR

T (°C)	Y (kg/kg)	V (m/s)	$\left(-\frac{dX}{dt}\right)_{max}$ *10 <sup>5</sup>	X <sub>c,exp</sub> (kg/kg)	X <sub>fin,exp</sub> (kg/kg)	X <sub>e, 25°C</sub> (kg/kg)	t <sub>constante</sub> (h)	t <sub>ralentissement</sub> (h)	t <sub>total</sub> (h)
70	0,0223	1	6	a	0,32	0,013	a	a	21,5
90	0,0223	1	14,2	a	0,12	0,008	a	a	10,5
140	0,0223	1	a	a	0,021	0,003	a	a	3,7
70	0,0223	2	13,2	a	0,026	0,017	a	a	13,7
90	0,0223	2	18,6	a	0,024	0,008	a	a	16,9
140	0,0223	2	32,8	a	0,018	0,003	a	a	3,3

a : valeur difficile à déterminer

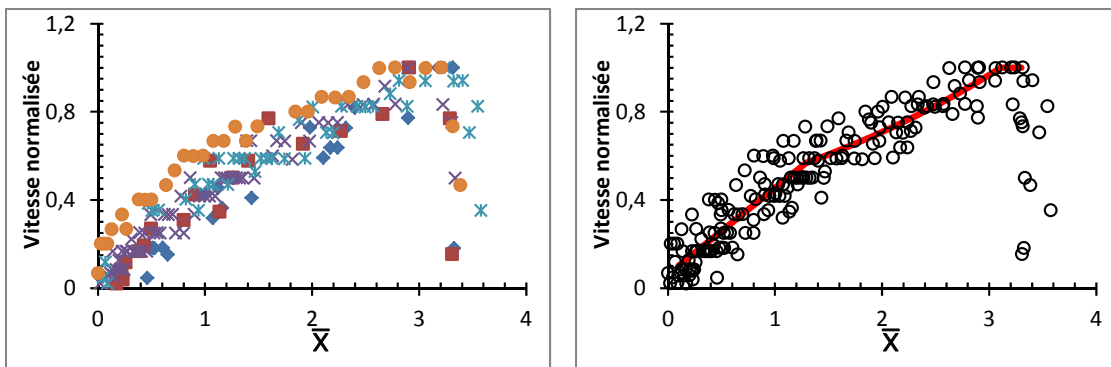


Figure 15 – Courbe caractéristique d'OMR

La fonction  $f$  s'écrit ainsi :

$$f(\bar{X}) = 1 \quad \text{pour } 3,1078 < \bar{X} \quad (\text{Équation 13})$$

$$f(\bar{X}) = 0,3803 \exp(0,3111 \bar{X}) \quad \text{pour } 1,2896 < \bar{X} < 3,1078$$

$$f(\bar{X}) = 0,3917 \bar{X} + 0,0629 \quad \text{pour } 0 < \bar{X} < 1,2896$$

### 5.2.5 Caractéristique de séchage de Agri1

Les grandeurs caractéristiques de chaque cinétique de séchage sont regroupées dans le Tableau 7.

Tableau 7 – Paramètres caractéristiques des cinétiques de séchage d'Agri1

T (°C)	Y (kg/kg)	V (m/s)	$\left(-\frac{dX}{dt}\right)_{max}$ *10 <sup>3</sup>	X <sub>c,exp</sub> (kg/kg)	X <sub>fin,exp</sub> (kg/kg)	X <sub>e</sub> (kg/kg)	t <sub>constante</sub> (min)	t <sub>ralentissement</sub> (min)	t <sub>total</sub> (min)
70	0,0223	1	1,72	1	0,159	0,025	26	48	74
90	0,0223	1	2,17	1	0,15	0,014	12	46	58
140	0,0223	1	3,45	1,46	0,30	0,005	8	18	26
70	0,0223	2	3,32	1,54	0,157	0,024	8	30	38
90	0,0223	2	4,41	a	0,15	0,013	6	22	28
140	0,0223	2	6,83	1,51	0,166	0,005	4	18	22

a : valeur difficile à déterminer

La courbe caractéristique d'Agri1 est présentée sur la Figure 16.

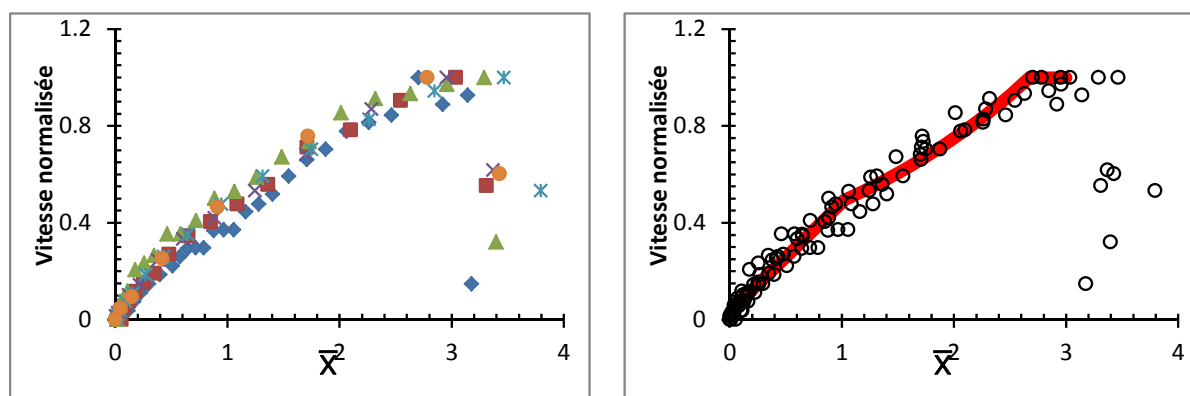


Figure 16 – Courbe caractéristique d'Agri1

La fonction  $f$  s'écrit ainsi :

$$\begin{aligned} f(\bar{X}) &= 1 && \text{pour } 2,6754 < \bar{X} && \text{(Équation 14)} \\ f(\bar{X}) &= 0,3191 \exp[0,4270(\bar{X})] && \text{pour } 1,0225 < \bar{X} < 2,6754 \\ f(\bar{X}) &= 0,4498\bar{X} + 0,0338 && \text{pour } 0 < \bar{X} < 1,0225 \end{aligned}$$

### 5.2.6 Utilisation des caractéristiques de séchage pour le dimensionnement

La valeur de la vitesse de séchage en phase isenthalpe  $\left(-\frac{dX}{dt}\right)_{max}$  est indiquée dans le tableau de synthèse pour chaque expérience réalisée (cf. Tableaux 3 à 7). Connaissant les conditions opératoires (la température de l'air  $T$ , son humidité absolue  $Y$  et sa vitesse d'écoulement  $V$ ), une corrélation peut alors être établie sur le modèle des équations 9 et 10 présentées au paragraphe 2.4. Enfin, l'expression de la fonction  $f$  pour chaque digestat permet de calculer la vitesse de séchage à chaque instant.

## **6. Séchage par contact avec agitation**

### **6.1 Matériel et méthodes**

#### 6.1.1 Maquette batch de séchage par contact avec agitation

Les expériences pour déterminer la cinétique de séchage ont été réalisées dans une maquette batch équipée de mobiles d'agitation de type couteaux granulateurs. Le corps du séchoir est constitué d'une cuve en Téflon (de diamètre intérieur 200 mm et de hauteur 210 mm) vissée à une plaque en acier inoxydable (de diamètre 230 mm et d'épaisseur 10 mm) par vingt vis en acier inoxydable qui assurent une étanchéité totale entre les deux parties. Cet ensemble est disposé sur une plaque en cuivre (de même épaisseur et diamètre que la plaque précédente), qui sert à l'homogénéisation des températures en face arrière. La chaleur est apportée grâce à dix résistances électriques insérées entre deux plaques, l'une en cuivre et l'autre en acier inoxydable. Les résistances, en forme de bâtonnets cylindriques de diamètre 6,2 mm et de longueur 90 mm, fournissent une puissance maximale de 2500 W, ce qui équivaut à une densité de flux de chaleur maximale de  $8 \cdot 10^4 \text{ W/m}^2$ . Pour diminuer les pertes thermiques, la plaque en acier inoxydable repose sur un support isolant épais (250 mm). L'ensemble est fixé sur une plaque rectangulaire en aluminium solidaire de la boucle de séchage dans laquelle la maquette est insérée (cf. Figure 17). Cette boucle de séchage permet de contrôler la

température, la nature de l'ambiance gazeuse et sa vitesse d'écoulement. Un moteur asynchrone entraîne en rotation le dispositif d'agitation. Le réglage des vitesses se fait par l'intermédiaire d'un variateur de fréquence qui permet de réguler la vitesse avec une précision de 0,1 t/min. Associé au moteur, un couplemètre permet d'enregistrer les efforts mécaniques nécessaires pour maintenir une vitesse d'agitation constante au cours des essais. La gamme de fonctionnement de cet appareil est comprise entre 0 et 50 Nm avec une précision de  $\pm 0,1$  Nm. Le mobile de type "couteaux granulés" est composé de 3 couteaux en acier inoxydable de 20 mm de large, 190 mm de long, 3 mm d'épaisseur, et de  $45^\circ$  d'inclinaison. Ils sont fixés sur l'axe d'agitation par des bagues de montage à vis, avec un écart vertical de 25 mm et un écart angulaire de  $60^\circ$ . Le couteau le plus bas est placé à 1 mm de la plaque en acier inoxydable. Le stator correspond à deux tiges métalliques de 6 mm de diamètre, visées sur la cuve en Téflon à mi-hauteur entre chaque couteau. Ces tiges traversent diamétralement la cuve et sont appelées émotteurs.



Figure 17 – Photo de la maquette de séchage batch

### 6.1.2 Pilote continu de séchage par contact avec agitation

Ce pilote, qui s'apparente à un sécheur à palettes, est constitué :

- ✓ d'un système d'alimentation composé d'une trémie et de sa pompe;
- ✓ d'un stator, en forme d'auge, équipé de racloirs ;
- ✓ d'un mobile d'agitation ;
- ✓ d'un circuit d'injection et d'extraction du gaz de balayage. Dans le cas présent, les expériences ont été réalisées sous atmosphère de vapeur d'eau surchauffée ;
- ✓ d'une station d'acquisition des données et de régulation des températures ;

Des vues générales du procédé, du système d'alimentation et du système de génération de la vapeur sont présentées sur la Figure 18.

Le système d'alimentation est composé d'une trémie, pouvant contenir 25kg de produit humide et d'une pompe Moineau 2.6IVA (PCM, Levallois Perret, France). Cette pompe est constituée d'un rotor hélicoïdal tournant à l'intérieur d'un stator hélicoïdal. La trémie est placée au-dessus du corps de pompe et mise sous pression à l'aide d'un piston (1 bar relatif) pour garantir le gavage de la pompe. Le débit de produit humide est contrôlé à l'aide d'un potentiomètre.

Le corps du sécheur est composé d'une enveloppe externe, de 1,2 m de long, comprenant une auge en forme de U et un capot. Les caractéristiques géométriques de l'auge sont données dans le Tableau 8. L'auge est décomposée en trois zones de 33 cm de long chacune. Dans chaque zone, une résistance électrique (Chromalox, Soissons, France) est insérée dans la double enveloppe. Chaque résistance peut fournir jusqu'à  $6.10^4 \text{ W/m}^2$ . Un thermocouple de type K, inséré à 1 mm de la paroi en contact avec la boue, est utilisé pour réguler la température de la paroi. Pour pouvoir échantillonner le produit sur toute la longueur du séchoir, des trappes sont usinées sur le capot. Des hublots en verre permettent d'observer l'intérieur du séchoir. Pour limiter les pertes thermiques vers l'extérieur, l'ensemble est calorifugé. Coté alimentation, l'auge a deux entrées : une reliée à la trémie d'alimentation en produit et l'autre permettant l'injection de vapeur d'eau surchauffée ou d'azote pour inerte l'installation. Côté sortie, une surverse réglable permet de contrôler le niveau de remplissage du sécheur. L'auge est calorifugée avec 5 cm d'isolant Superwool® HT Fibre (Eurotech Renda, Cessales, France) afin de limiter les pertes de chaleur vers l'extérieur.

Tableau 8 – Caractéristiques géométriques de l'auge du sécheur continu

<b>Dimension</b>	<b>Valeur</b>
<b>Longueur (m)</b>	1
<b>Diamètre interne(m)</b>	0,16
<b>Hauteur (m)</b>	0,32
<b>Hauteur de surverse (m)</b>	0,075-0,15



Vue d'ensemble du pilote de séchage



Système d'alimentation



Système de génération de la vapeur surchauffée

---

1 : Auge calorifugée	6 : Bac de récupération	esp : Entrée sécheur produit
2 : Capot calorifugé	8 : Trémie d'alimentation	ssp : Sortie sécheur produit
3 : Moteur du rotor	produit	esv : Entrée sécheur vapeur
4 : Armoire de contrôle du rotor et de l'auge	9 : Pompe moineau	esv : Sortie sécheur vapeur
5 : Armoire de contrôle du générateur de vapeur	11 : Préchauffeur	epe : Entrée préchauffeur eau
	12 : Surchauffeur	

---

Figure 18 – Photos du sécheur continu

Le mobile d'agitation est composé d'un rotor sur lequel sont vissées des palettes (cf. Figure 19). Les caractéristiques géométriques du rotor sont données dans le Tableau 9. Dix-sept palettes en forme d'enclume sont disposées le long du rotor pour agiter le produit et



renouveler le contact entre le produit et les parois chauffées de l'auge. Des racloirs ont été disposés le long de l'auge afin de limiter l'accumulation de produit contre les parois. Deux palettes supplémentaires ont été placées à l'entrée et la sortie du sécheur. Ces palettes inclinées à 45° permettent d'éviter l'accumulation de produit à l'entrée et à la sortie du sécheur. Le rotor est entraîné en rotation par un moto-réducteur asynchrone (Leroy Sommer, Colomiers, France) à variateur de fréquence d'une puissance de 2,5 kW. Il permet de maintenir une vitesse de rotation constante comprise entre 0 et 60 tr.min<sup>-1</sup>. Le rotor est chauffé à l'aide de 12 résistances électriques (Chromalox, Soissons, France) réparties à l'intérieur de l'arbre de rotation, à raison de 4 résistances par zone de séchage. Dans chaque zone, un thermocouple, placé à 1,5mm de la partie en contact avec la boue, est utilisé pour la régulation de la température du rotor. L'ensemble auge et rotor repose sur un support en acier qui peut être incliné de ±5°.

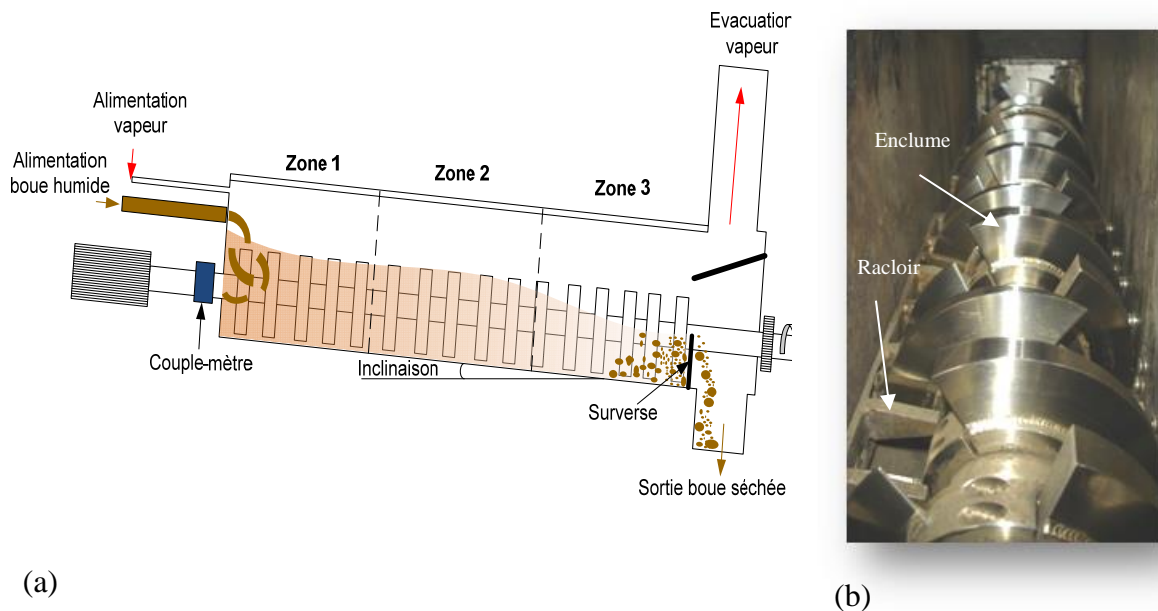


Figure 19 – Représentation schématique du pilote de séchage (a) et photo du mobile d'agitation (b).

Tableau 9 – Caractéristiques géométriques du rotor du sécheur continu

Dimension	Valeur
<b>Longueur (m)</b>	1
<b>Diamètre extérieur (m)</b>	0,06
<b>Nb pales enclumes</b>	17
<b>Nb pales inclinées de 45°</b>	2

La vapeur d'eau surchauffée, utilisée comme gaz de balayage, est produite à l'aide d'un générateur de vapeur de 4 kW de puissance et d'un surchauffeur d'une puissance installée de 0,3kW (TATT, Eybens, France). La vapeur est injectée dans le sécheur via une ligne tracée électriquement pour éviter tout problème de condensation. L'extraction du gaz et des buées se fait en sortie de sécheur via un trou percé dans le capot au niveau de la surverse. Les buées et le gaz de balayage passe ensuite dans un dispositif de traitement d'air (filtre à charbon actif et filtre HEPA) avant d'être évacués dans l'atmosphère. La régulation de la température de la vapeur injectée en entrée du sécheur repose sur un thermocouple placé en fin de la ligne de traçage. En sortie de sécheur, un bac de rétention étanche et une balance de précision (Sartorius, Aubagne, France) permettent de récupérer et de mesurer la masse de produit séché sortant de l'installation.

Un ensemble de thermocouples permettent le suivi des températures de parois, du produit et de l'ambiance gazeuse dans chacune des trois zones du sécheur. Le rotor est équipé d'un couple-mètre DR2112 (LR Mesures, Libourne, France) pour suivre le couple déployé par le mobile d'agitation. Les températures, les puissances électriques pour le chauffage du rotor et de l'auge, le couple mécanique et la masse de digestat à la sortie de l'installation sont enregistrés.

### 6.1.3 Protocole opératoire

Comme annoncé au paragraphe 4, seul le digestat TERR a été séché dans ces dispositifs de séchage par contact avec agitation. Aucun pré-traitement préalable n'a été réalisé avant l'introduction du digestat dans le sécheur. La teneur en eau initiale du digestat était de 3.40kg d'eau/kg de matière sèche (soit une siccité de 22.7%). Pour les deux installations, les mêmes conditions opératoires ont été imposées :

- ✓ une vitesse d'agitation de 40tr/min ;
- ✓ une température de consigne de 160°C ;
- ✓ une circulation de vapeur surchauffée à 120°C.

## **6.2 Cinétique de séchage par contact avec agitation de TERR**

La courbe représentant la vitesse de séchage,  $-dX/dt$ , en fonction de la teneur en eau,  $X$ , est proposée sur la Figure 20. A cause du design vertical du pilote, on observe une diminution progressive de la vitesse de séchage jusqu'à une teneur en eau de l'ordre de 1,8 kg/kg (soit

35,7% de siccité). Ceci est relié à une diminution progressive de la surface de contact paroi/produit. Ensuite, la cohésion du matériau augmentant, le digestat a tendance à s'agglomérer et à se positionner dans les volumes non agités (entre les couteaux). Ceci se traduit par une diminution du couple mécanique (Figure 21) et un contact paroi/produit limité pour  $1,25 < X < 1,8$  kg/kg (soit  $50 < t < 80$  min). Dans le domaine des boues résiduaire urbaine, il est d'usage de parler de « phase plastique » pour décrire la période de séchage où le matériau est cohésif et difficile à agiter. Habituellement, cette période est observée pour une siccité comprise entre 40 et 60% de matière sèche. La particularité, ici, est que l'on n'a pas, à proprement parler, une phase plastique associée à une forte augmentation du couple mécanique. Pour autant, entre 37 et 44% de siccité, le matériau a un comportement mécanique atypique.

En dessous de  $X=1,25$  kg/kg, soit une siccité de 44%, la cohésion du matériau diminue, le couple mécanique augmente légèrement et la vitesse de séchage croît progressivement jusqu'à une teneur en eau de 0,65 kg/kg. Sous l'effet du cisaillement mécanique, le digestat est progressivement divisé et entre à nouveau en contact avec la paroi chaude du sécheur. Comme on peut le voir sur la Figure 22, le produit final obtenu est très pulvérulent, et contrairement aux boues résiduaire urbaine, nous n'avons pas réussi à le granuler.

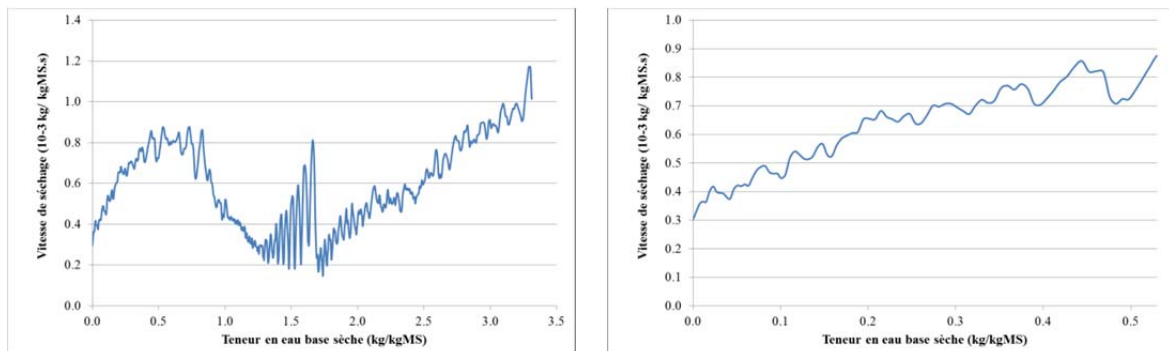


Figure 20 – Caractéristique de séchage (expérience en batch) de TERR

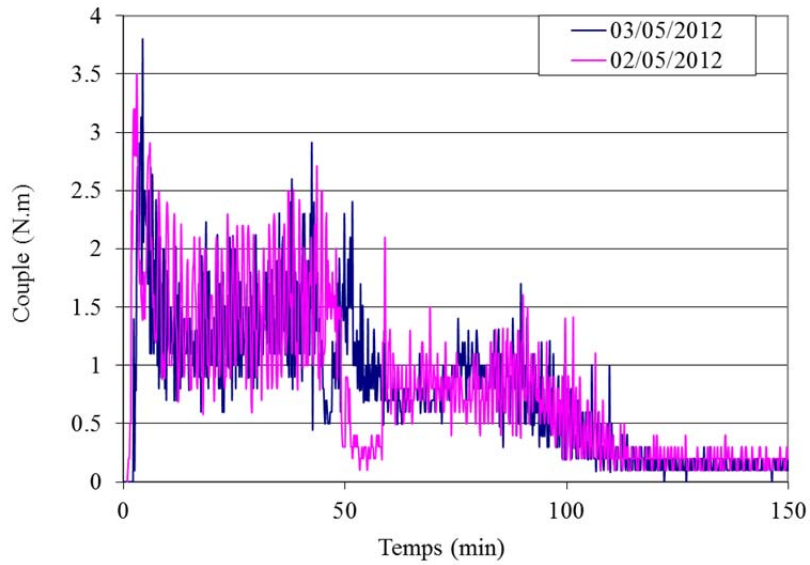


Figure 21 – Evolution temporelle du couple mécanique (expérience en batch) de TERR



Figure 22 – Aspect du digestat TERR sec ( $S_{\text{finale}} = 95\%$ )

Les essais menés sur le pilote continu se sont traduits par un colmatage du dispositif de traitement d'air. Par ailleurs, des problèmes de prise en masse du produit dans le réacteur (cf. Figure 23 pour  $40\,000 < t < 75\,000$  s) ont été observés.

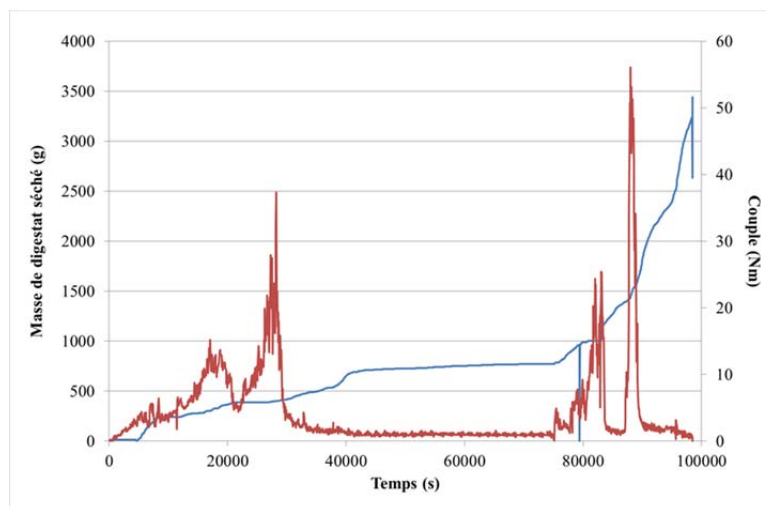


Figure 23 – Evolution du couple mécanique lors d’une expérience de séchage du digestat TERR sur le pilote continu

## 7. Influence du séchage sur la composition du digestat

### 7.1 Teneur en carbone

#### 7.1.1 Matériel et méthodes

Le carbone total (CT) et le carbone inorganique (CI) ont été mesurés avec un analyseur Shimadzu SSM-5000A (module solide). Compte tenu de l’hétérogénéité des matériaux, les échantillons secs ont été au préalable broyés grossièrement. La dispersion des résultats restant particulièrement élevée pour OMR, ce digestat a été broyé plus finement à l’aide d’un cryo-broyeur.

Le protocole pour la mesure du carbone total est le suivant. Un échantillon d’une quarantaine de milligrammes sur base sèche est pesé, placé dans une nacelle en céramique puis introduit dans un four à 900°C balayé à l’air. Les composés carbonés sont convertis en CO<sub>2</sub>, qui est dosé grâce à un analyseur de gaz à infrarouge. La teneur en CT, exprimée en pourcentage massique, est déterminée à partir des courbes de calibration préalablement établies avec des solutions de glucose.

Pour la mesure du carbone inorganique, une masse connue d’une quarantaine de milligrammes sur base sèche est placée dans une nacelle en céramique et mise en contact avec une solution d’acide phosphorique à 25%. L’ensemble est introduit dans un four à 200°C.

Seuls les carbonates et les hydrogénocarbonates sont convertis en CO<sub>2</sub>. La quantité en CI, exprimée en pourcentage massique, est déterminée à partir des courbes de calibration préalablement établies avec des solutions d'hydrogénocarbonate de sodium (NaHCO<sub>3</sub>) et de carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>).

Le carbone organique total (COT) de l'échantillon solide peut être déduit par différence.

### 7.1.2 Résultats

Les digestats analysés ne contiennent pas de carbone inorganique. La teneur en carbone organique total est donc égale à la teneur en carbone total. La teneur en CT des digestats solides humides et séchés est présentée dans le Tableau 10.

Les teneurs en CT des digestats humides Agri1, Agri2 et TERR sont conformes aux teneurs mesurées par l'Irstea dans la tâche 3. Par contre, nos résultats pour BIOD ne sont pas en adéquation avec la valeur obtenue lors du suivi annuel réalisé par l'Irstea (tâche 3), à savoir 29,1±4. Quel que soit le digestat, le séchage entraîne une diminution significative de la teneur en carbone total, jusqu'à -13,2% pour Agri1, Agri2 et TERR, -22,3% pour OMR et -29,8% pour BIOD. Néanmoins, cette diminution est d'autant plus faible que la température de séchage est élevée pour Agri2 et TERR. Pour expliquer ce résultat inattendu, la durée totale de l'expérience de séchage est mentionnée dans ce tableau. On observe que la perte de CT est corrélée à la durée de l'expérience. Plus la température de séchage est basse, plus la durée de l'expérience est longue et plus la teneur en CT final du digestat est faible. L'incertitude de mesure sur Agri1 ne permet pas d'observer cette dépendance de la teneur en carbone total au temps d'exposition du produit à une température élevée.

Tableau 10 – Teneur en carbone total des digestats humides et séchés

Echantillon	Agri2		TERR		Agri1	
	CT (%MS)	t (h)	CT (%MS)	t (h)	CT (%MS)	t (h)
Humide	42,3±0,2	-	43,1±0,6	-	36,3±1,3	-
Séché à 70°C	36,7±0,3	1,1	37,4±0,0	3,2	34,1±1,8	1,2
Séché à 90°C	38,2±0,6	0,74	38,2±0,2	2,4	33,7±1,3	0,86
Séché à 140°C	39,8±0,3	0,54	39,7±0,3	1,4	31,5±2,1	0,43
Séché par contact	-	-	38,3±0,03	2,2	-	-

Echantillon	BIOD		OMR	
	CT (%MS)	t (h)	CT (%MS)	t (h)
Humide	20,8±0,3	-	25,1±1,0	-
Séché à 70°C	14,6±1,7	2	19,5±0,5	21,7
Séché à 90°C	19,0±1,1	1,5	16,6±0,7	8,8
Séché à 140°C	16,6±0,4	1,2	23,6±1,2	5,1

## 7.2 Teneur en azote

### 7.2.1 Matériel et méthodes

#### *7.2.1.1 Dosage de l'azote Kjeldahl*

(Protocole adapté de la méthode AOAC 978.02)

Une masse connue de digestat humide ou séché, équivalent à 1,5 g de matière sèche, est introduite dans un tube de 300 ml. La minéralisation est effectuée à l'aide d'un mélange d'acide sulfurique (98%) et d'hydroperoxyde (30%) à haute température en utilisant le speedDigester K-439 (BUCHI). La minéralisation transforme l'azote (sous forme minérale et organique) en ammonium ( $\text{NH}_4^+$ ). Cet ammonium est converti en ammoniac en milieu basique par l'ajout d'une solution d'hydroxyde de sodium (32%). L'ammoniac ( $\text{NH}_3$ ) est enfin distillé en utilisant un distillateur K-355 (BUCHI) et récupéré dans une solution d'acide borique 4%. L'ammoniac est titré par une solution d'acide sulfurique 0,1M grâce à un titrateur Titroline easy (SCHOTT Instruments).

#### *7.2.1.2 Dosage de l'azote ammoniacal*

(Protocole adapté de la méthode AOAC 973.49 et EPA 350.2)

Une masse connue de digestat humide ou séché, équivalent à 1,5 g de matière sèche, est diluée avec de l'eau déminéralisée et distillée en présence d'oxyde de magnésium (MgO) dans une solution tampon de phosphate. L'ammoniac récupéré dans une solution d'acide borique est titré comme précédemment.

### 7.2.2 Résultats

En supposant que les digestats ne contiennent pas d'azote inorganique (nitrates et nitrites) (cf. résultats de la tâche 3), la teneur en azote total (TN) est alors égale à la teneur en azote

Kjeldahl (NTK). Ainsi, la perte d'azote total induite par le séchage est estimée à partir des teneurs en azote Kjeldahl des digestats humides et secs. Les teneurs en azote Kjeldahl, en azote ammoniacal et en azote organique (déduit par différence) des digestats humides et séchés sont reportées dans le Tableau 11. Les teneurs en azote Kjeldahl des digestats humides Agri1, Agri2 et BIOD sont proches des teneurs mesurées par l'Irstea dans la tâche 3.1. Par contre, nos résultats pour TERR ne sont pas en adéquation avec la valeur obtenue lors du suivi annuel réalisé par l'Irstea (tâche 3.1), à savoir  $4,2\pm 0,2$ . La période d'échantillonnage (différente de celle du suivi), une modification du procédé ou de la liste des intrants peuvent éventuellement expliquer l'écart observé. Pour l'azote ammoniacal, les valeurs obtenues sont systématiquement le double de celles mesurées par l'Irstea. L'écart observé est attribué à la différence entre les protocoles mis en œuvre par les deux établissements. On peut suggérer que :

- ✓ soit l'extraction réalisée par l'Irstea n'est que partielle. La quantité d'azote ammoniacal annoncée est alors sous-évaluée ;
- ✓ soit d'autres composés volatils sont extraits par distillation en présence d'oxyde de magnésium. La quantité d'azote ammoniacal annoncée est alors sur-évaluée.

La teneur en azote organique reste constante, quelle que soit la température de séchage, alors que la concentration en azote ammoniacal diminue lors du séchage. Pour les digestats Agri1, Agri2 et TERR, la perte d'azote ammoniacal est d'autant plus importante que la température de séchage est élevée. A  $70^{\circ}\text{C}$ , elle atteint -74.6% pour Agri2 et -86.8% pour Agri1 et TERR. A  $140^{\circ}\text{C}$ , tout l'azote ammoniacal a pratiquement disparu (-94% pour Agri1, -95.5% pour Agri2 et -98.2% pour TERR). Pour BIOD et OMR, tout l'azote ammoniacal est volatilisé dès  $70^{\circ}\text{C}$ .

Tableau 11 – Teneur en azote Kjeldahl et en azote ammoniacal des digestats bruts et séchés sous air chaud à différentes températures

Agri1	NTK (%MS)	N-NH <sub>3</sub> (%MS)	N-organique (%MS)
Humide	$2,57\pm 0,10$	$1,52\pm 0,07$	$1,05\pm 0,2$
Séché à $70^{\circ}\text{C}$	$1,25\pm 0,06$	$0,20\pm 0,02$	$1,05\pm 0,08$
Séché à $90^{\circ}\text{C}$	$1,18\pm 0,02$	$0,11\pm 0,00$	$1,07\pm 0,02$
Séché à $140^{\circ}\text{C}$	$1,28\pm 0,27$	$0,09\pm 0,00$	$1,19\pm 0,27$



Agri2	NTK (%MS)	N-NH <sub>3</sub> (%MS)	N-organique (%MS)
Humide	2,49±0,06	1,37±0,02	1,12±0,08
Séché à 70°C	1,57±0,02	0,29±0,012	1,28±0,03
Séché à 90°C	1,33±0,12	0,14±0,004	1,19±0,12
Séché à 140°C	1,29±0,05	0,06±0,004	1,23±0,05

TERR	NTK (%MS)	N-NH <sub>3</sub> (%MS)	N-organique (%MS)
Humide	6,13±0,20	2,72±0,04	3,41±0,24
Séché à 70°C	3,91±0,4	0,35±0,05	3,56±0,45
Séché à 90°C	2,91±0,03	0,19±0,005	2,72±0,03
Séché à 140°C	3,28±0,09	0,05±0,01	3,23±0,10
Séché par contact	2,88±0,04	0,065±0,000	2,81±0,04

BIOD	NTK (%MS)	N-NH <sub>3</sub> (%MS)	N-organique (%MS)
Humide	1,21±0,03	0,39±0,01	0,82±0,04
Séché à 70°C	0,71±0,03	0,06±0,002	0,65±0,03
Séché à 90°C	0,70±0,003	0,02±0,00	0,68±0,03
Séché à 140°C	0,72±0,06	0,012±0,000	0,71±0,06

OMR	NTK (%MS)	N-NH <sub>3</sub> (%MS)	N-organique (%MS)
Humide	2,30±0,2	1,06±0,01	1,24±0,21
Séché à 70°C	0,95±0,06	0,03±0,00	0,92±0,06
Séché à 90°C	0,95±0,01	0,006±0,000	0,94±0,01
Séché à 140°C	1,07±0,00	0,005±0,000	1,07±0,00

## 7.3 Cinétique des émissions carbonées et azotées

### 7.3.1 Matériel et méthodes

Un piquage, à la sortie de la cellule de séchage, permet de mesurer la concentration du gaz de balayage en  $\text{NH}_3$  et  $\text{H}_2\text{S}$ , via des capteurs électrochimiques (échelle de mesure 0 – 100 ppm), et en  $\text{CO}_2$  via un analyseur infrarouge (échelle de mesure : 0-3000 ppm). La position du point de prélèvement est précisée sur la Figure 24. Les digestats Agri1, Agri2, Terr et BIOD ont été séchés dans les mêmes conditions ( $T=70^\circ\text{C}$ ,  $Y=0,0223$  kg d'eau/kg air sec,  $V=1$  m/s). Les concentrations en  $\text{NH}_3$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  et  $\text{CO}_2$  de l'air de séchage à la sortie de la cellule de séchage ont été enregistrées toutes les 5 minutes.

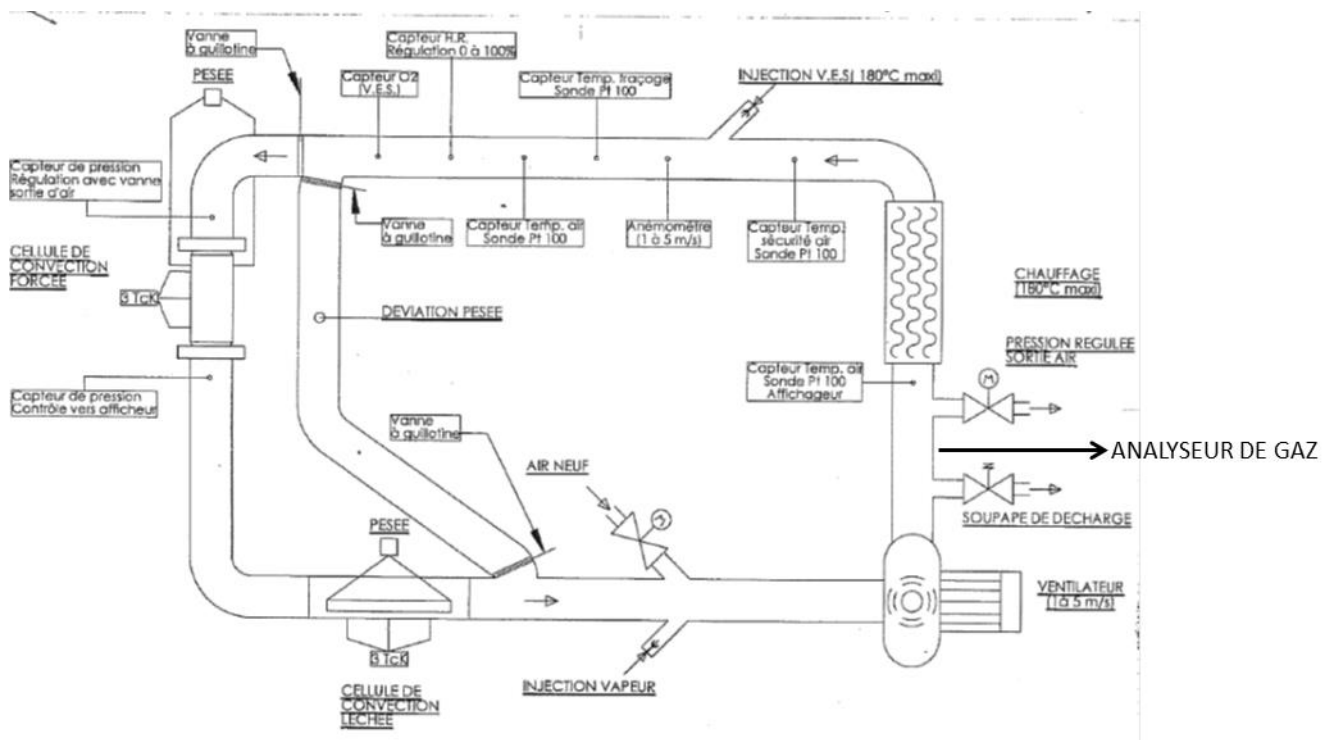


Figure 24 : Position du point de prélèvement pour l'analyseur de gaz

Une autre série d'expériences a été réalisée uniquement avec un digestat TERR fraîchement prélevé. Les cinétiques d'émission ont été déterminées de manière indirecte, par analyse de la composition des échantillons solides à des temps de séchage différents. Les expériences de séchage ont été réalisées à  $70^\circ\text{C}$  et à  $140^\circ\text{C}$ , les autres paramètres opératoires étant inchangés ( $Y=0,0223$  kg d'eau/kg air sec,  $V=2$  m/s).

### 7.5.2 Par analyse de la phase gazeuse

Aucune émission de  $H_2S$  n'a été détectée, et ceci quel que soit le digestat déshydraté. La concentration en  $CO_2$  et  $NH_3$  de l'air sortant de la cellule de séchage est présentée sur la Figure 25 pour les quatre digestats. L'air contenant initialement du  $CO_2$ , la courbe présentée a été obtenue après soustraction de la concentration initiale moyenne aux données d'acquisition.

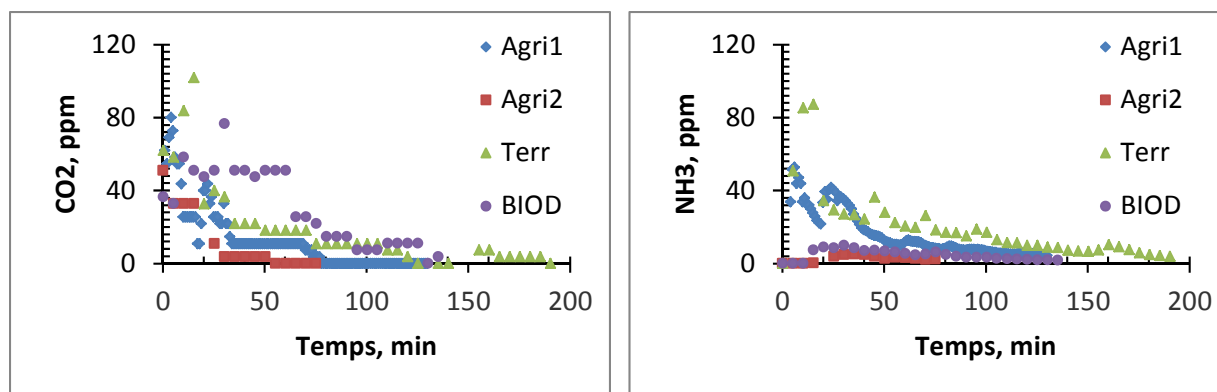


Figure 25 :  $CO_2$  et  $NH_3$  dans l'air de séchage pendant le séchage des quatre digestats ( $T=70^{\circ}C$ ,  $Y=0,0223$  kg d'eau/kg air sec,  $V=1$  m/s)

Les données sont assez bruitées, du fait de la position du point de prélèvement. Le piquage se situe après une entrée d'air neuf. Cette entrée d'air est nécessaire pour maintenir une humidité relative constante dans l'enceinte. Ce flux d'air neuf (qui contient lui aussi du  $CO_2$  et qui n'est pas constant dans le temps) perturbe la mesure.

Pour les émissions de  $CO_2$ , on observe la même tendance chez les trois digestats à forte composante agricole (Agri1, Agri2 et TERR). Le  $CO_2$  est principalement émis pendant les trente premières minutes. Dans le cas de BIOD, la concentration en  $CO_2$  reste constante pendant les soixante premières minutes, ce qui explique la perte importante mentionnée au paragraphe 7.1. Les émissions de  $NH_3$  sont, logiquement, plus importantes pour le digestat TERR, dont les teneurs en NTK et N- $NH_3$  sont les plus élevées, et très faibles pour BIOD, qui a des concentrations en NTK et N- $NH_3$  faibles. Les analyses élémentaires ont montré des teneurs en NTK et en N- $NH_3$  comparables pour les deux autres digestats agricoles (Agri1 et Agri2). Pourtant, pour Agri2, l'air sortant de la cellule de séchage ne contient quasiment pas d'ammoniac. Une seule différence peut expliquer ces résultats. Ces essais ont été mis en oeuvre pour valider les mesures présentées aux paragraphes 7.1 et 7.2 et ont donc été réalisés tardivement. Ainsi, au moment de ces essais, Agri2 avait passé de longs mois en chambre froide alors que Agri1 venait d'être prélevé.

### 7.5.3 Par analyse des échantillons solides

La Figure 26 montre l'évolution de la teneur en NTK et en N-NH<sub>3</sub> du digestat TERR au cours du séchage. On retrouve les résultats précédents (cf. Paragraphe 7.1) : les diminutions des teneurs en NTK et N-NH<sub>3</sub> sont corrélées, la différence (l'azote organique) restant constante au cours du temps. Un adimensionnement des résultats (cf. Figure 27) montre que les cinétiques de séchage et d'émissions d'ammoniac sont corrélées, et ceci quelle que soit la température de l'air de séchage.

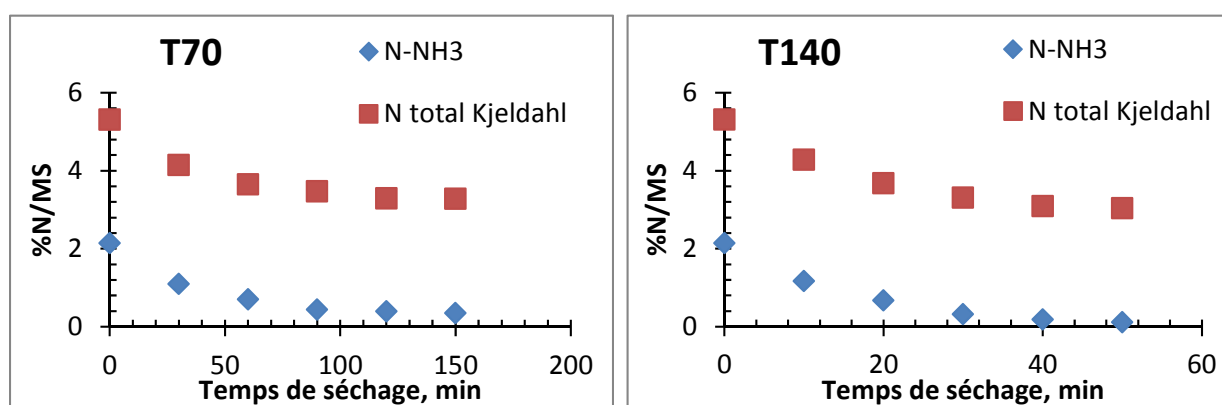


Figure 26 : Evolution de la teneur en azote total et ammoniacal en fonction du temps de séchage (TERR, T=70°C à gauche et T=140°C droite, Y=0,0223 kg d'eau/kg air sec, V=2 m/s)

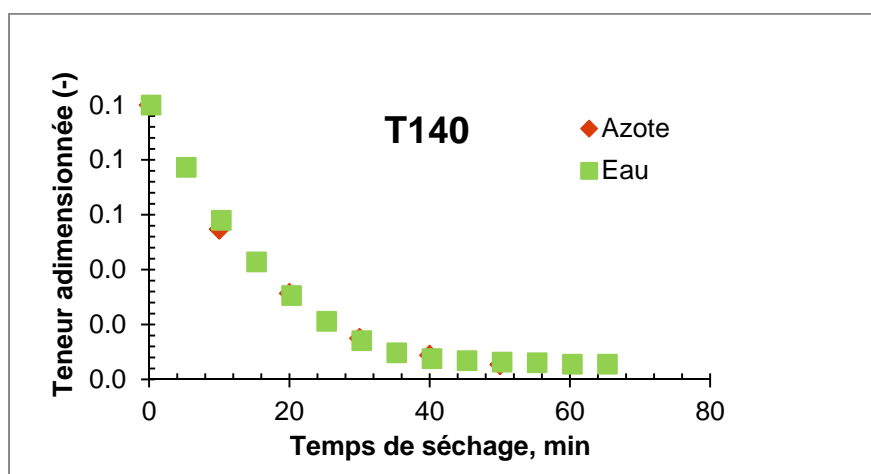


Figure 27 : Comparaison des cinétiques de séchage et d'émission d'ammoniac (TERR, T=140°C droite, Y=0,0223 kg d'eau/kg air sec, V=2 m/s)

L'évolution de la teneur en carbone du digestat TERR au cours du séchage est proposée sur la Figure 28. Comme attendu, on observe une diminution de la teneur en carbone au cours du

séchage. Comme vu précédemment, ces émissions se produisent essentiellement aux premiers instants du séchage. Et, au final, à teneur en eau identique, la teneur en carbone du digestat sec est d'autant plus faible que la température de séchage est basse, comme mentionné au paragraphe 7.1.

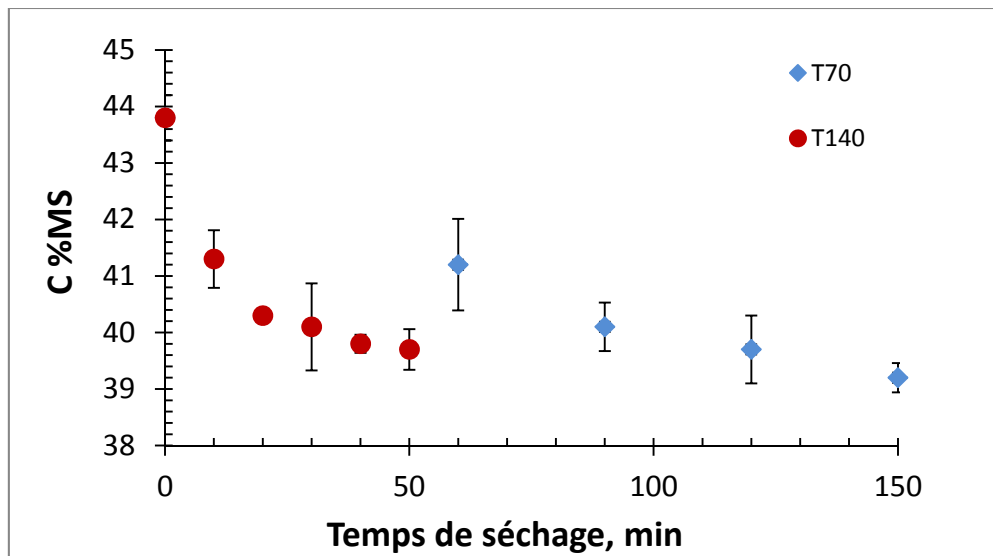


Figure 28 : Evolution de la teneur en carbone du digestat TERR en fonction du temps de séchage (T=70°C ou 140°C, Y=0,0223 kg d'eau/kg air sec, V=2 m/s)

Les analyses sur la fraction gazeuse ont montré qu'une partie des pertes en carbone observées résultent d'émissions de CO<sub>2</sub>. Dans la littérature, il a été montré sur des boues résiduaires urbaines, que d'autres molécules contenant du carbone sont susceptibles être volatilisées pendant le séchage : du méthane, de l'heptane, des acides gras volatils ...

## 7.4 Pathogènes

### 7.4.1 Matériel et méthodes

Les analyses ont été effectuées par l'Institut en Santé Agro-Environnement (ISAE) à Combourg (35). Les œufs d'helminthes viables ont été dénombrés par la méthode XP X33-017, les Salmonelles par la méthode ISO 6579, les *Listeria monocytogenes* par la méthode ISO 11290-1, *Escherichia coli* par la méthode ISO 16649-2, *Clostridium perfringens* par la méthode ISO 7937 et les Streptocoques fécaux par la méthode interne Slanetz-BEA. Les digestats bruts n'ont pas été transmis à l'ISAE.

#### 7.4.2 Résultats

La capacité du traitement thermique à inactiver un microorganisme pathogène dépend de l'agent pathogène, de la température et de la durée du traitement. Le suivi annuel réalisé par l'Irstea dans la tâche 3 avait montré que les digestats solides étaient exempts d'œuf d'helminthes viables, de Salmonelles et de *Listeria monocytogenes*. Comme attendu, les digestats séchés ne contiennent donc pas d'œufs d'helminthes, de Salmonelles, de *Listeria monocytogenes*. Ils sont aussi exempts d'*E. coli*. Par contre, la concentration en *Clostridium perfringens*, dont les spores sont bien plus résistantes à la chaleur, dépend des conditions de séchage. Les concentrations mesurées sont reportées dans le Tableau 12. Comme attendu, le nombre de pathogènes diminue lorsque la température de séchage augmente. On voit ainsi que l'exposition à un air à 90°C pendant plusieurs heures ne permet pas d'inactiver ce pathogène. Les Streptocoques fécaux sont détectés dans le digestat Agri1 séché à 70 et 90°C. A 140°C, ni les *Clostridium perfringens*, ni les Streptocoques fécaux ne sont détectés.

Tableau 12 – Influence des conditions de séchage sur la concentration en bactéries anaérobies sulfitoréductrices et en *Clostridium perfringens* des digestats séchés (en<sup>3</sup> UFC/g)

Agri1		Bactéries anaérobies sulfitoréductrices à 37°C	<i>Clostridium perfringens</i>	Streptocoques fécaux
Séché à 70°C	1,4h	3000	1100	3500
Séché à 90°C	0,9h	180	180	2400
Séché à 140°C	0,4h	<10	<10	<100

Agri2		Bactéries anaérobies sulfitoréductrices à 37°C	<i>Clostridium perfringens</i>
Séché à 70°C	1,1h	2100	1300
Séché à 90°C	0,7h	450	450
Séché à 140°C	0,5h	<10	<10

<sup>3</sup> UFC : unité formant colonie

TERR		Bactéries anaérobies sulfitoréductrices à 37°C	<i>Clostridium perfringens</i>
Séché à 70°C	3,2h	2300	2300
Séché à 90°C	2,4h	570	560
Séché à 140°C	1,4h	<10	<10
Séché par contact	2,2h	<10	<10

BIOD		Bactéries anaérobies sulfitoréductrices à 37°C	<i>Clostridium perfringens</i>
Séché à 70°C	2h	8000	6400
Séché à 90°C	1,5h	5300	5300
Séché à 140°C	1,2h	<10	<10

OMR		Anaérobies sulfitoréducteurs à 37°C	<i>Clostridium perfringens</i>
Séché à 70°C	21,7h	3000	3000
Séché à 90°C	8,8h	880	880
Séché à 140°C	5,1h	<10	<10

## 7.5 Métaux lourds

### 7.5.1 Matériel et méthodes

Les analyses ont été effectuées par l'Institut en Santé Agro-Environnement (ISAE) à Combourg (35). Les digestats séchés ont été mis en solution dans l'eau régale, conformément à la norme NF EN 13346 puis dosés par ICP optique, selon la norme NF EN 11885, ou par ICP-MS (méthode interne). Nous avons supposé que la température de séchage n'aurait pas d'influence sur les résultats. Nous avons ainsi transmis au laboratoire les échantillons suivants :

- ✓ Agri1 et Agri2, séché sous air chaud à une température de 70°C
- ✓ BIOD et OMR, séchés sous air chaud à une température de 140°C
- ✓ TERR, séché par contact avec agitation (température de paroi de 160°C).

### 7.5.2 Résultats

Les concentrations en métaux, phosphore et potassium des cinq digestats séchés sont données dans le Tableau 13. Les concentrations obtenues sont cohérentes avec celles mesurées lors du suivi annuel d'Irtea (tâche 3), à l'exception des trois valeurs indiquées en gras. Comme attendu, le séchage ne modifie pas la concentration en métaux lourds (quels que soient le mode de séchage et la température de séchage considérée).



Tableau 13 – Concentration en métaux, phosphore et potassium des digestats séchés

	Agri1 Séché sous air chaud à 70°C	Agri2 Séché sous air chaud à 70°C	TERR Séché par contact avec agitation	BIOD Séché sous air chaud à 140°C	OMR Séché sous air chaud à 140°C
<b>Cd (mg/kg)</b>	<0,5	<0,5	0,6	<0,5	1,1
<b>Cr (mg/kg)</b>	8,05	7,8	28,6	18,9	27,6
<b>Cu (mg/kg)</b>	135	<b>160,4</b>	137,8	63,9	81,2
<b>Ni (mg/kg)</b>	3,96	6,1	18,1	14,8	96,4
<b>Zn (mg/kg)</b>	759	<b>732,3</b>	781,9	184,1	318,8
<b>Hg (mg/kg)</b>	<0,02	<0,05	<0,05	0,1	0,3
<b>Pb (mg/kg)</b>	<1	5,2	17,1	81,6	197,8
<b>As (mg/kg)</b>	<2	1,8	1,3	4,3	2,9
<b>Se (mg/kg)</b>	4,85	1,2	1,1	<1	<1
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (kg/tonne)</b>	11,4	10,2	<b>4,8</b>	9	9,8
<b>K<sub>2</sub>O (kg/tonne)</b>	19,2	12,1	8,6	6	8,9
<b>Siccité (%)</b>	98	92,7	95	99,5	98,4

## 8. Conclusion

L'étude montre que la structure physique initiale des digestats solides humides et l'évolution de cette structure au cours du séchage sont difficilement compatibles avec des procédés de type sècheurs à disques ou à palettes. La présence d'inerte (OMR) ou de fibres longues (BIOD et Agri2) ne permettent pas de les utiliser. Pour d'autres matériaux, dont l'aspect initial se rapproche de celui d'une boue résiduaire urbaine (ex : TERR), le produit séché est très pulvérulent, ce qui pose des problèmes pour le traitement des buées et pour le stockage du matériau. La technologie du séchage à bandes (également appelée séchage sur tapis) s'avère bien plus adaptée à ces matériaux. Plusieurs avantages peuvent être mentionnés. Le dispositif

d'alimentation peut s'adapter assez facilement à la structure du produit humide : on trouve ainsi de simples déversoirs avec boîte d'alimentation ou boîtes de pivotement pour les produits peu sensibles, des bandes oscillantes ou des filières d'extrusion pour les produits collants, des vis d'étalement pour les produits grumeleux. Ces installations sont en outre très flexibles, ce qui permet de gérer simplement les fluctuations de débit. Cependant, une maintenance régulière est nécessaire pour éviter l'accumulation de fines sur le tapis et le colmatage du support poreux.

La structure a également une influence sur le comportement au séchage des digestats, et notamment sur la vitesse maximale de séchage. A conditions opératoires identiques, les produits plus finement divisés, comme Agri1 et Agri2, sèchent plus rapidement. Les conditions de séchage, et plus particulièrement la température de l'air, ont une influence sur les teneurs en carbone et en azote des digestats séchés. Ainsi, même à des températures de séchage basses (70°C), plus de 75% de l'azote ammoniacal, qui représente entre 32 et 55% de l'azote total selon les digestats solides humides, est volatilisé. Pour OMR et BIOD, ce pourcentage atteint quasiment 100%. Pour Agri1, Agri2 et TERR, tout l'ammoniac est volatilisé à 140°C. Le séchage a également un effet sur la concentration en carbone total. La diminution maximale est observée pour les températures de séchage les plus basses (70°C). Elle atteint -13% pour Agri1, Agri2 et TERR, -22% pour OMR et 30% pour BIOD. Enfin, nous avons montré que l'exposition à un air à 90°C pendant plusieurs heures ne permet pas d'inactiver *Clostridium perfringens*. Par contre, il n'est plus détecté après un séchage à 140°C.