

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



LAVALEF

Département du Génie Chimique

Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles

MEMOIRE DE PROJET DE FIN D'ETUDES

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état

En Génie Chimique

Thème :

Production de biogaz par valorisation du lactosérum en co-digestion anaérobie

Présenté par :

- Melle Asma CHELHA
- Melle Sara Anfel DRIS

Sous la direction de :

- Mr R.BOUARAB, Professeur, ENP
- Mme N.TIRICHINE, Chercheur, CDER

Soutenue publiquement le (21/06/2016)

Composition du Jury :

Présidente	Mme R. DERRICHE	Professeur, ENP
Promoteur	Mr R.BOUARAB	Professeur, ENP
Co-promotrice	Mme N.TIRICHINE	Chercheur, CDER
Examineur	Mr A. SELATNIA	Professeur, ENP
Examinatrice	Mme Y.TCHOULAK	MAA, ENP

ENP 2016

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



LAVALEF

Département du Génie Chimique

Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles

MEMOIRE DE PROJET DE FIN D'ETUDES

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état

En Génie Chimique

Thème :

Production de biogaz par valorisation du lactosérum en co-digestion anaérobie

Présenté par :

- Melle Asma CHELHA
- Melle Sara Anfel DRIS

Sous la direction de :

- Mr R.BOUARAB, Professeur, ENP
- Mme N.TIRICHINE, Chercheur, CDER

Soutenue publiquement le (21/06/2016)

Composition du Jury :

Présidente	Mme R. DERRICHE	Professeur, ENP
Promoteur	Mr R.BOUARAB	Professeur, ENP
Co-promotrice	Mme N.TIRICHINE	Chercheur, CDER
Examineur	Mr A. SELATNIA	Professeur, ENP
Examinatrice	Mme Y.TCHOULAK	MAA, ENP

ENP 2016

ملخص

تشكل مصدر قلق لدى المنتجين إدارة مصل اللبن الخالص الناتج عن تحول الجبن في المزارع حيث أن تركيزه المرتفع بالمواد العضوية يجعله ملوث للبيئة. التخمر اللاهوائي لهذه المادة يعتبر بديل جدير بالاهتمام و طريقة الادارة والمعالجة هي بالأساس موجودة. بالإضافة إلى الجانب المطهر, هو يمكن من تأمين مادة عضوية سهلة التوفير كمصدر لطاقة متجددة و ذلك بإنتاج الغاز الحيوي .

هدف هذه الدراسة هو إنتاج الغاز الحيوي انطلاقاً من مصل اللبن من خلال التخمر اللاهوائي , و ذلك من أحوال الملبنة و روث الأبقار. نتائج العملية الأولى لم تنتج أي غاز ولكن العملية الثانية أنتجت كمية قليلة من الغاز الحيوي قبل أن تتوقف بسبب حموضة الوسط, ما دفعنا إلى القيام بتعديل الوسط. في العملية الثالثة هذا التعديل قام بتحسين العملية و بذلك إنتاج كميات أكبر من الميثان

الكلمات المفتاحية: الهضم اللاهوائي, الغاز الحيوي, مصل اللبن , الماشية الروث,

ABSTRACT

The management of whey from the cheese-farm processing is an issue for producers. Indeed its high organic content makes it a great polluting effluent. Anaerobic digestion of this effluent is an attractive alternative to the process of management / existing treatment. In addition to purifying aspect, It allows to value a source of organic matter readily available renewable energy, biogas production.

This study aims biogas production from whey by comethanisation, first of all with the sludge of the dairy, and secondly with cow dung. The results of the first digestion show zero production of biogas. Besides, the use of dung in the second digestion did produce a small amount of biogas because of the acidification of the medium process that's why we did an adjustment of the pH in the third co-digestion; this adjustment did improve the process giving significant amounts of methane.

KEY WORDS: Anaerobic digestion, co-methanisation, biogas, cheese whey, cow dung.

RESUME

La gestion du lactosérum pur issu de la transformation fromagère fermière est une préoccupation pour les producteurs. En effet, sa charge organique élevée en fait un effluent fortement polluant. La méthanisation de ce substrat est une alternative intéressante au procédé de gestion/traitement déjà existant. Outre l'aspect épuratoire, elle permet de valoriser une source de matière organique facilement disponible en énergie renouvelable, par la production de biogaz.

Cette étude a pour but la production de biogaz à partir du lactosérum par co-méthanisation de celui-ci avec les boues de la laiterie, et en deuxième lieu avec des bouses de vache. Les résultats de la première digestion montrent une production nulle de biogaz, d'autre part, l'utilisation des bouses dans la deuxième digestion a fait produire une petite quantité de biogaz avant l'arrêt du processus en raison de l'acidification du milieu, ce qui nous a poussé à, faire un ajustement du pH lors de la troisième co-digestion, cet ajustement a fait améliorer le processus donnant ainsi des quantités importantes de méthane.

MOTS CLES : Digestion anaérobie, co-méthanisation, biogaz, lactosérum, bouse de vache.

Remerciements

Cette étude, réalisée au Centre de Développement des Energies Renouvelables d'Alger, a été pour nous une expérience extraordinaire qui n'aurait été possible sans le bon vouloir de **Dieu tout puissant**, qui nous a donné la force, le courage et la patience d'accomplir ce travail et sans la motivation et le soutien de nos proches et de certaines personnes que nous tenons à remercier ici.

Tout d'abord, nos remerciements vont à Monsieur **BOUARAB Rabah**, Professeur à l'ENP, pour nous avoir proposé ce sujet de thèse et de nous avoir encadré tout au long de cette étude.

Nous tenons à remercier vivement notre promotrice Madame **TIRICHINE Nassima**, Doctorante à l'ENP et Attachée de recherche au CDER, pour avoir accepté de nous encadrer et pour son dévouement tout au long de cette étude ainsi que pour le partage de son savoir.

Nos gratifications les plus vives vont à Madame **SABER Meriem**, Maître de Recherche A et Chef d'équipe Biogaz et Biomasse Energie au CDER, pour sa précieuse aide et pour ses conseils.

Nous tenons à exprimer notre respectueuse considération et notre profonde admiration à notre cher et dynamique professeur, Monsieur **AHMED-ZAID Toudert**, pour tous ses efforts fournis et pour toutes ses qualités scientifiques et humaines.

Nous tenons aussi à exprimer notre gratitude envers le Directeur du CDER, Monsieur **YASSAA Noureddine**, et Madame **AZIZA Majda Amina**, Chef de la division Bioénergie et Environnement, de nous avoir accepté et mis à notre disposition les outils nécessaires à la réalisation de ce travail.

Nous voulons mentionner le plaisir que nous avons eu à travailler avec toute l'équipe du CDER, nous pensons ici, en particulier, à **BERRACHED Abdessalam**, qui nous a envahi d'informations, de conseils, et de sympathie, et à **FEDAINLANE Maamar**, pour sa précieuse aide lors du montage du dispositif expérimental.

Nous tenons aussi à exprimer notre reconnaissance au personnel de la laiterie de BOUDOUAOU pour nous avoir reçus et donnés de leur temps, en particulier, Monsieur **CHABOUN Khaled** et Monsieur **BOUSHAKI**, pour leur disponibilité et leur sympathie.

Nous adressons nos sincères remerciements au Professeur **R.DERRICHE** d'avoir fait l'honneur de présider le jury ainsi qu'à Madame **Y.TCHOULAK** et Monsieur **A.SELATNIA** de faire partie du jury de ce travail.

Pour finir, nous remercions toutes les personnes qui ont contribué de près ou du loin à l'aboutissement de ce travail.

Table de matière

Résumé.....	2
Remerciements.....	5
Table de matière.....	6
Liste des abréviations.....	7
Définitions et Notations.....	8
Liste des figures.....	9
Liste des tableaux.....	8
Introduction.....	11
Chapitre 1: Etude Bibliographique.....	12
1. Biomasse comme énergie renouvelable.....	13
1.1 Effluents d'élevage.....	14
1.2 Effluents de l'industrie laitière.....	18
1.3 Les boues de station d'épuration.....	24
2. Biométhanisation.....	25
2.1 Définition.....	25
2.2 Les étapes de la bio-méthanisation.....	27
2.3 Paramètres influençant la biométhanisation.....	29
2.4 Facteurs d'intoxication.....	31
2.5 Avantages de la biométhanisation.....	33
2.6 Les contraintes de la bio-méthanisation.....	33
2.7 Types de procédés de bio-méthanisation.....	34
2.8 La co-méthanisation des co-produits solides et liquides.....	36
2.9 Produits de la méthanisation.....	37
Chapitre 2: Matériel et Méthodes.....	42
1. Echantillons et prélèvement.....	43
2. Analyses physico-chimiques des échantillons :.....	44
3. Méthodes d'analyse.....	45
4. Montage expérimental.....	46
Chapitre 3: Résultats et discussion.....	51
1. Co-digestion du lactosérum et des boues de laiterie.....	52
2. Co-digestion du lactosérum et des bouses de vache sans ajustement du pH.....	56
3. Co-digestion du lactosérum et des bouses de vache avec ajustement du pH.....	63
Conclusion et Perspectives.....	70
Références Bibliographiques.....	72
Annexes.....	80

Liste des abréviations

- **AGV** : Acides Gras Volatils.
- **CDER** : Centre de Développement des Energies Renouvelables.
- **DA** : Digestion anaérobie.
- **DBO** : Demande Biologie en Oxygène.
- **DCO** : Demande Chimique en Oxygène.
- **GES** : Gaz à effet de serre.
- **LS** : Lactosérum.
- **MS** : Matière solide.
- **MES** : Matières en suspension
- **Nm³** = Normal m³, correspond à un volume occupé par le gaz dans les conditions 'normales', c'est-à-dire à 273.15 K et 101325 Pa.
- **PCI** : le Pouvoir Calorifique Inférieur d'un gaz (rapporté au volume de gaz sec) est l'énergie thermique (chaleur) minimale récupérable lors de la combustion.
- **PCS** : le Pouvoir Calorifique Supérieur d'un gaz (rapporté au volume de gaz sec), est la quantité de chaleur dégagé par la combustion complète du gaz dans l'air, sous une pression constante de 1.01325 bar et à la température constante t_H , d'un volume donné (V) dans des conditions spécifiées (t_V , p_V), toute l'eau formée pendant la combustion étant condensée à la température t_H .
- **pH** : Potentiel d'Hydrogène.
- **STEP** : Station d'épuration.
- **TAC** : Titre Alcalimétrique Complet.
- **TS** : taux de solide.

Définitions et Notations

- **Anaérobie** : en l'absence d'oxygène.
- **Biogaz** : Mélange de gaz issus de la réaction de méthanisation de différents substrats organiques. Il est composé principalement de méthane et de dioxyde de carbone.
- **Cogénération** : Procédé de valorisation du biogaz produisant de la chaleur et de l'électricité.
- **Digestat** : Matière restante dans le digesteur après la récupération du biogaz, composée principalement de matière organique et minérale ainsi que de bactéries, résultants de la réaction de méthanisation.
- **Digesteur** : Enceinte étanche dans laquelle se déroule la réaction de méthanisation.
- **Intrant** : Matière solide, liquide ou pâteuse alimentant le procédé de méthanisation.
- **Lixiviat** : Partie liquide du digestat, obtenue après séparation mécanique de ce dernier.
- **Matière putrescible** : Désigne une matière fermentescible susceptible de se dégrader spontanément dès sa production.
- **Micro-organisme** : être vivant animal ou végétal de très petite taille, comme les bactéries.

Liste des figures

Figure 1 La comparaison des composantes du lait de vache et du lactosérum (LS)	20
Figure 2: Principales voies métaboliques et populations microbiennes impliquées dans la méthanisation.	27
Figure 3: Production de biogaz en fonction de la matière organique	38
Figure 4: Filière de traitement des effluents de laiterie	43
Figure 5: Dispositif expérimental de la 1ère co-digestion.....	47
Figure 6 : Dispositif expérimental de la 2 ^{ème} co-digestion	49
Figure 7: Evolution du pH durant la première co-digestion.....	52
Figure 8 : Evolution des AGV et TAC durant la première co-digestion.....	53
Figure 9 : Variation de la DCO dans la première co-digestion	55
Figure 10 : Evolution du pH durant la deuxième co-digestion.....	56
Figure 11 : Variation du potentiel d'oxydo-réduction durant la deuxième co-digestion	57
Figure 12 : Evolution du TAC durant la deuxième co-digestion	58
Figure 13 : Evolution des AGV en fonction du temps	59
Figure 14 : Comparaison entre les AGV et le pH durant la seconde co-digestion.....	60
Figure 15 Evolution de la DCO durant la deuxième co-digestion	60
Figure 16 Production journalière de biogaz durant la seconde co-digestion.....	61
Figure 17 : Production cumulée de biogaz durant la seconde co-digestion	62
Figure 18 : Evolution du pH durant la troisième co-digestion	63
Figure 19 : Evolution du potentiel redox durant la troisième co-digestion	64
Figure 20 Evolution du TAC durant la troisième co-digestion	65
Figure 21 : Evolution des AGV durant la troisième co-digestion	66
Figure 22 : Evolution de la DCO durant la troisième co-digestion.....	67
Figure 23 : Production journalière de biogaz durant la troisième co-digestion.....	68
Figure 24 : Production cumulée de biogaz durant la troisième co-digestion	68
Figure 25: Courbe d'étalonnage de la DCO.....	86
Figure 26 : Bassin de soutirage du lactosérum.....	93
Figure 27: Bêcher contenant du lactosérum issu de laiterie de BOUDOUAOU.....	93
Figure 28: Echantillon des boues biologiques issues de la STEP de laiterie.....	94
Figure 29: Echantillon de bouse de vache.....	94
Figure 30: Analyseur de biogaz donnant la composition du méthane et dioxyde de carbone.....	95
Figure 32: Analyse du gaz produit lors de la 3ème co-digestion	95

Liste des tableaux

Tableau 1: Composition moyenne et fourchette de variation des effluents bovins, porcins et avicoles (en kg/t brut).....	16
Tableau 2 : Caractéristiques physico-chimiques du lactosérum.....	22
Tableau 3: Réaction de méthanogénèse [49].....	29
Tableau 4: Différences entre méthanisation par voie sèche et humide [48].....	35
Tableau 5: Comparaison entre la méthanisation mésophile et la méthanisation thermophile. [48]	35
Tableau 6: Caractéristiques moyennes du biogaz	37
Tableau 7: Composition moyenne du biogaz [60].....	38
Tableau 8: Caractéristiques des substrats de la première co-digestion	44
Tableau 9 : Caractéristiques des substrats de la deuxième co-digestion	45
Tableau 10 : Caractéristiques des substrats de la troisième co-digestion.....	45
Tableau 11: Composition de biogaz durant la seconde co-digestion	62
Tableau 12: Composition du biogaz produit lors de la troisième co-digestion	69



Introduction

Plus de 80% des ressources énergétiques mondiales sont principalement d'origines pétrochimiques. Les recommandations internationales engagent tous les pays à réduire les émissions de gaz à effet de serre. Ceci les obligea à se diriger progressivement vers des sources d'énergie locales et neutres en CO₂. La conversion de la biomasse issue de différentes origines (matières végétales et animales, résidus urbains, résidus industriel, ...), en biogaz ou en autres combustibles, peut présenter des avantages importants sur le plan environnemental et économique.

Les industries laitières produisent annuellement des centaines de million de kilogrammes de lait et de ses dérivés. Cette transformation entraîne le rejet d'énormes quantités de résidus qui présentent un problème environnemental considérable [1]

Les principaux rejets sont les eaux blanches et le lactosérum. De par la forte charge en DCO de ces rejets, supérieure à 50 g O₂/L, ils constituent un sérieux problème puisque leur déversement direct entraîne une asphyxie du milieu naturel et une forte tendance à l'acidification et à la fermentation rapide.

Alors qu'il représente 90% de la charge en DBO, ce qui fait de lui un facteur de pollution redoutable, le lactosérum peut constituer un excellent substrat valorisable au moyen de la fermentation méthanique, ou « bio-méthanisation », dans des digesteurs anaérobiques.

En effet, la bio-méthanisation présente un double intérêt ; elle permet de réduire les pollutions organiques de ces déchets dans un premier temps et de produire du biogaz, qui peut être valorisé par différentes voies : production de chaleur et d'électricité, utilisation comme carburant ou injection directe dans le réseau du gaz naturel.

Cependant et d'après les travaux entrepris auparavant, la méthanisation du lactosérum connaît une instabilité due à l'acidification du milieu ce qui provoque l'inhibition de la flore méthanogène et l'arrêt du processus de méthanisation [2]. Son association avec des substrats présentant un pouvoir tampon tels que les fumiers, ou les résidus de culture pourrait être une alternative pour contourner ce risque d'inhibition [1]

De plus, La co-méthanisation, résultant de l'association de plusieurs co-produits, présente plusieurs avantages par rapport à la méthanisation d'un seul produit. Le principal avantage est le maintien de la stabilité du processus et le bon fonctionnement du milieu

réactionnel qui se traduit par l'augmentation du rendement en méthane du biogaz produit pendant le processus.

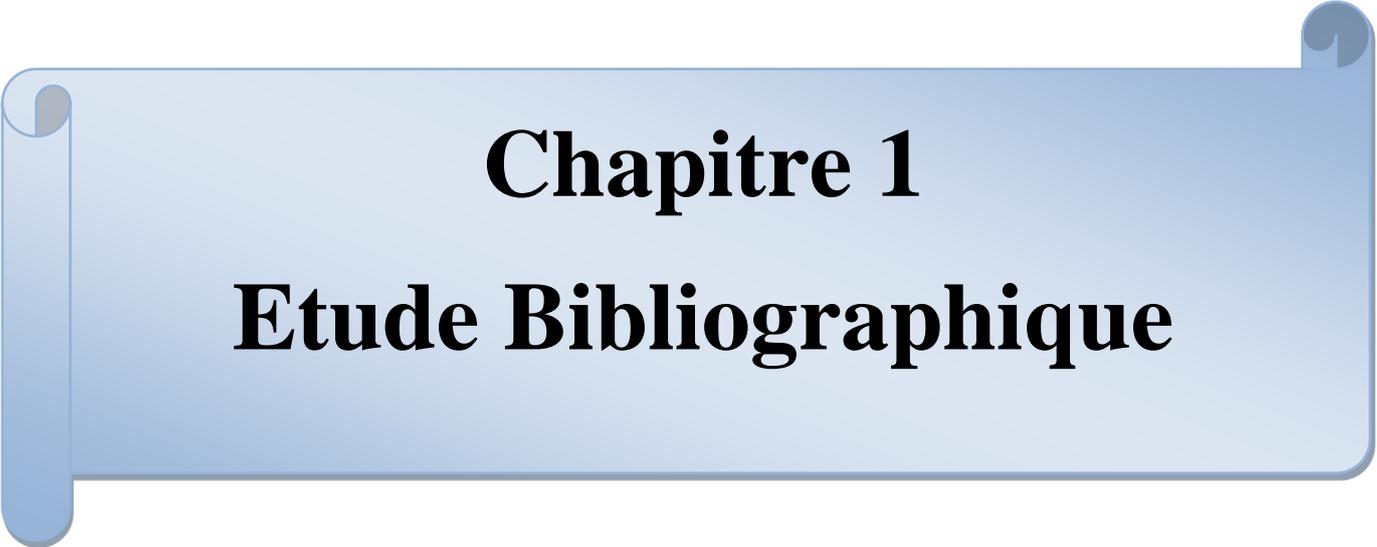
C'est dans ce cadre que s'inscrit notre sujet d'étude, en s'intéressant particulièrement à la co-méthanisation du lactosérum issu de la laiterie de BOUDOUAOU avec les boues biologiques de la STEP de la laiterie en premier lieu puis avec les déjections bovines en second lieu. Ceci dans le double intérêt de traiter et valoriser ces déchets d'une part et de produire une énergie propre et renouvelable d'autre part.

Nous aborderons tout au début de ce mémoire, les recherches bibliographiques sur l'état de connaissance de la méthanisation, depuis son principe de fonctionnement biologique jusqu'à la valorisation de ses produits, passant par les paramètres qui l'influencent, les processus de la digestion anaérobie et les types de procédés existants. Nous verrons aussi les principaux caractéristiques des co-substrats utilisés durant cette étude. Un bref paragraphe sur l'intérêt de la co-méthanisation a été aussi abordé dans ce premier chapitre.

Le chapitre 2 a été consacré à la description du matériel utilisé tout au long de notre expérimentation ainsi que les méthodes d'analyse et de suivi du processus.

Des séries de résultats des campagnes expérimentales sont développées dans le chapitre 3. Il s'agit de la présentation de suivi journalier (contrôle et suivi du pH du milieu réactionnel, prélèvement des échantillons pour les analyses physico-chimiques et mesure et analyse du biogaz produit) des trois co-digestions effectuées.

En effet, la première co-digestion consiste en la co-méthanisation du lactosérum avec des effluents liquides issus de la laiterie de Boudouaou. La seconde et la troisième concernent, respectivement, le mélange du lactosérum et bouses de vache avec et sans ajustement du pH. Les différents résultats obtenus sont ainsi illustrés et comparés afin de dégager les principales lignes directrices concernant la valorisation énergétique du lactosérum.



Chapitre 1
Etude Bibliographique

1. Biomasse comme énergie renouvelable

La biomasse est la source d'énergie la plus ancienne utilisée par l'humanité. Il s'agit de toute matière organique, végétale ou issue des êtres vivants. Elle se définit comme la fraction biodégradable des produits, déchets et résidus provenant de l'agriculture, y compris les substances végétales et animales issues de la terre et de la mer, de la sylviculture et des industries connexes, ainsi que la fraction biodégradable des déchets industriels et ménagers. [3]

Dans le domaine de l'énergie, et plus particulièrement des bioénergies, la biomasse-énergie est la partie de la biomasse utilisée ou utilisable comme source d'énergie. Grâce à des procédés thermiques telles que la pyrolyse, la gazéification, la combustion directe, ou biochimiques telle que la méthanisation ou de nouvelles transformations chimiques vertes comme les agro-carburants, la biomasse se transforme ainsi en trois principales formes d'énergie avec le chauffage domestique, les biocarburants et l'électricité.

Il existe deux principales catégories de biomasse :

1) Biomasse ligneuse

La biomasse ligneuse ou sèche, constitué de : bois, paille et de fibres de canne à sucre (bagasse), est utilisés au sein des centrales thermiques.

2) Biomasse fermentescible

La biomasse fermentescible ou humide est le plus souvent convertie en biogaz par des micro-organismes. Le biogaz, composé principalement de méthane et de gaz carbonique, est ensuite brûlé dans des groupes électrogènes adaptés.

La biomasse humide comprend :

- i. les effluents d'élevage (lisiers, fumiers, purins,...),
- ii. les effluents liquides des industries agroalimentaires comme l'industrie laitière.
- iii. certains effluents humides ou liquides résultant de l'activité humaine : boues de stations d'épuration, fraction organique des déchets ménagers, etc.

1. 1 Effluents d'élevage :

Les effluents d'élevages sont issus des activités d'élevage, ces activités font vivre une multitude de petits agriculteurs des pays en voie de développement et représentent environ 40% de la production agricole mondiale en 2008 [4].

Les principaux effluents proviennent des élevages bovins, porcins et de volailles et sont localisés au niveau des bâtiments d'élevage :

- Les élevages de bovins produisent essentiellement deux types de déchets : le lisier et le fumier Par rapport au lisier, le fumier gagne en matière organique grâce à la paille, et perd en matière humide par l'écoulement du purin, qui n'est pas récupéré.
- Les élevages de porcs sont producteurs d'un déchet mixte, mélange d'urines et de fèces : le lisier, qui est produit toute l'année dans des élevages aux forts effectifs, et de forte densité (1 animal/m²).
- Les élevages de volailles, dont les déchets se présentent sous forme de fientes, sont répartis en élevages de poules pondeuses et de poulets de chair. Les déchets issus de l'aviculture ont une valeur agronomique indéniable et bien codifiée. Ils sont couramment utilisés comme tels, pour fertiliser les cultures, en particulier des cultures céréalières comme le maïs.

1. 1. 1. Lisiers

Ce sont des déjections animales mélangées présentant un faible taux de matière sèche. Ils peuvent contenir un peu de paille ou des restes d'alimentation. Ils sont collectés dans une fosse, où ils peuvent recevoir parfois un peu d'eau de pluie. Le résultat est un mélange en phase liquide.

1. 1. 2. Fumiers :

Ils sont le résultat du mélange dans le bâtiment des déjections animales avec de la paille (ou une litière de copeaux, de sciures...), ce qui donne un effluent assez sec, facilement manipulable et stockable. Ils sont stockés après raclage sur une plate-forme. Les fumiers le plus souvent retournent sur les parcelles agricoles, pour apporter des éléments fertilisants et de la matière organique, qui améliorent la structure du sol.

1. 1. 3. Bouse de vache

La bouse est le résultat de la non digestion de certains composés fourragés. La vache en tant qu'herbivore donc consommateur primaire, ingère une certaine quantité de végétaux qui subissent, au niveau de sa panse une action microbienne intense et au niveau de sa caillette une action chimique importante. Cependant, certaines substances, résistent à ces attaques microbiennes, enzymatiques et chimiques tout au long de leur passage dans le tube digestif et sont libérées dans le milieu extérieur au moment de la défécation sous une forme hydratée nommée communément chez les ruminants bovidés « bouse ».

La bouse représente donc une restitution au pâturage d'une partie du fourrage ingéré. De par le nombre journalier de défécation ainsi que la masse de bouse émise sans oublier la composition physico-chimique de ces restitutions, la bouse représente une non négligeable ressource organique et minérale pour le sol.

Les bovins adultes expulsent en moyenne et en temps normal 30 à 50 kg d'excréments par jour constitués de 80 à 90 % d'eau selon le type d'alimentation. Rapporté à une vache laitière (600 kg), la quantité de bouses émises par jour est en moyenne de 3.2 kg de matière organique soit environ 4 kg de matière sèche fécale (à 20% de cendres) [9].

1. 1. 4 Caractéristiques des effluents d'élevage

Les déjections ont des caractéristiques extrêmement variables suivant les stades physiologiques des animaux, les caractéristiques des aliments, les modes de conduite de l'élevage et la durée de stockage ainsi que la dilution éventuelle par les eaux de pluie ou de salle de traite. Le **tableau 1**, ci-après, illustre la composition de quelques effluents d'élevage.

Tableau 1: Composition moyenne et fourchette de variation des effluents bovins, porcins et avicoles (en kg/t brut). [5]

	Matière sèche (MS)	Matière organique (MO)	C/N	pH	Azote total (NTK)	Azote ammoniacal (NH4)	Phosphore total (P2O5)	Potassium total (K2O)	Calcium total (CaO)	Magnésium total (MgO)
Fumier de bovins	260 (210 à 300)	190 (150 à 210)	15,5 (12,0 à 18,1)	8,9 (8,7 à 9,3)	6,6 (5,1 à 7,4)	0,5 (0,2 à 0,7)	3,3 (2,3 à 4,0)	8,8 (5,8 à 11,3)	9,4 (4,8 à 11,6)	1,8 (1,2 à 2,2)
Compost de fumier de bovins	260 (210 à 290)	170 (140 à 180)	13,6 (10,8 à 14,6)	8,9 (8,7 à 9,2)	6,9 (5,2 à 7,3)	0,3 (0,1 à 0,3)	4,8 (3,3 à 4,9)	9,3 (6,5 à 11,1)	14,4 (8,0 à 17,3)	2,6 (1,7 à 2,8)
Lisier de bovins	40 (20 à 60)	30 (10 à 50)	6,8 (4,7 à 8,9)	7,8 (7,5 à 8,1)	2,2 (1,5 à 3,0)	1,0 (0,6 à 1,4)	1,0 (0,4 à 1,4)	2,3 (1,3 à 2,8)	1,5 (0,6 à 2,1)	0,6 (0,2 à 0,8)
Lisier de porcins	30 (20 à 40)	20 (10 à 20)	2,3 (1,5 à 2,9)	8,1 (8,0 à 8,3)	3,6 (2,5 à 4,5)	2,2 (1,4 à 2,5)	1,6 (0,7 à 2,1)	2,8 (1,8 à 3,5)	1,7 (0,7 à 1,9)	0,6 (0,2 à 0,8)
Fientes de volailles	500 (420 à 590)	320 (210 à 420)	7,8 (6,7 à 8,6)	8,5 (8,0 à 8,9)	21,5 (14,4 à 26,0)	3,5 (1,9 à 4,3)	22,4 (16,7 à 26,5)	17,7 (15,5 à 21,3)	59,1 (37,0 à 77,6)	7,3 (5,8 à 8,9)
Fumier de volailles	530 (430 à 610)	380 (320 à 490)	9,3 (7,4 à 10,5)	8,1 (7,7 à 8,9)	22,0 (17,3 à 27,5)	3,5 (1,6 à 5,2)	20,2 (13,8 à 25,3)	20,8 (15,3 à 24,2)	32,9 (19,8 à 39,5)	6,7 (4,7 à 7,4)

1. 1. 5. Eléments contenus dans les déjections bovines

Les restitutions du bétail sont les produits de la digestion ruminale puis intestinale de la vache qui n'ont pas été intégrés par l'organisme. La matière sèche est constituée :

- i. de la fraction non digérée de la ration. Elle est essentiellement composée de fragments de tissus lignifiés, de sclérenchymes et de tissus vasculaires avec en outre des éléments minéraux ayant échappé à la dégradation microbienne ;
- ii. de produits endogènes (sucs digestifs, débris cellulaires...) ou microbiens non digérés [10], [11].

Les différents éléments excrétés à travers les fèces sont principalement les phosphates, le calcium et le magnésium sans oublier l'azote alors que les excréta liquides en revanche drainent, potasse, sodium ainsi qu'une forte proportion de l'azote restitué.

Mis à part les éléments minéraux essentiels on retrouve aussi dans les matières fécales :

- de la silice provenant essentiellement de particules terreuses ingérées en même temps que le fourrage et peut représenter 20 à 40 % de la M.S fécale.

- Les microorganismes : des bactéries, mortes ou vivantes, originaires en majorité du rumen atteignant parfois 10 à 20 % du poids des fèces. D'ailleurs, une partie de l'azote restitué se retrouve sous forme bactérienne. Le nombre moyen de bactéries dans une bouse est compris entre 5.10^9 et 3.10^{12} cellules par gramme de matière sèche [12]. De même on dénombre environ 2.10^7 cellules de levure par gramme de bouse de vache, 10^6 éléments mycéliens et 10^{10} Actinomycètes par millilitre de crottin de brebis [13]

L'intérêt que les excréments de bovidés offrent sur le plan bioénergétique relève de quelques considérations quantitatives à propos du niveau « consommateurs primaires » représentés par le bétail. En effet, les bovidés domestiques absorbent par jour (dans des conditions de charge normales), approximativement **2000 Kcal/m²** soit 1/8 de la productivité primaire. Mais ils en rejettent **1250 Kcal/m²** sous la forme de matières organiques non assimilées c'est-à-dire d'excrétas. En d'autres mots, plus de la moitié de ce qui est ingéré par le bétail est rejeté à la surface du sol sous la forme de déjections : les bouses. Celles-ci, distribuées de manière dispersée, constituent donc un stock permanent de petites unités d'énergie potentielle. En plus de leur richesse en matières organiques les bouses offrent au sol des quantités de bioéléments indispensables. La quantité qui est retournée sous forme de déjections peut atteindre annuellement pour une vache laitière: **120 kg** d'azote, **85 kg** de superphosphate (7.4 kg de phosphore), **135 kg** de chlorure de potassium (81 kg de potassium), **120 kg** de gypse (32 kg de calcium) et **30 kg** de chlorure de sodium (12 kg de sodium). Selon les sources bibliographiques ces valeurs varient légèrement mais ces différences n'ont que peu d'intérêt, ces données n'ayant pour objectif que de constater l'importance quantitative et qualitative de ces restitutions [14].

Les ruminants, et parmi eux les bovins, produisent des quantités relativement importantes de méthane, en raison de l'abondance de la population microbienne dans le rumen et de son activité, nécessaire à la digestion des végétaux consommés.

Les fermentations microbiennes qui ont lieu dans les réservoirs digestifs des ruminants leur permettent d'utiliser les glucides (cellulose, hémicelluloses, pectines...) des parois et l'azote non protéique des fourrages et des sous-produits des industries agro-alimentaires.

Ces fermentations s'accompagnent de production de dioxyde de carbone, de méthane et de chaleur. A titre indicatif, la dégradation complète de **1 kg** de matière organique de fourrage dans le réticulo-rumen produirait **66 litres** de méthane mais permettrait au ruminant d'en tirer

3,15 Mcal sous forme d'acides gras volatils, c'est-à-dire une quantité d'énergie équivalente à celle fournie par 750 g d'amidon sec [15].

1. 1. 6 Les pollutions agricoles liées à la gestion des effluents d'élevage

L'utilisation des déjections animales en excès par rapport aux besoins réels des cultures, entraîne une accumulation des éléments fertilisants dans le sol et un transfert vers les eaux [6]. Les pollutions agricoles des eaux superficielles, souterraines et littorales sont essentiellement dues aux nitrates et au phosphore. La lixiviation des nitrates au-delà de la zone racinaire des sols contribue à la pollution des eaux souterraines. Le phosphore quant à lui est entraîné par érosion et transféré des sols vers les rivières par les eaux de pluie.

Concernant les sols, les apports élevés et répétés de quantités excessives de lisier et de fumier peuvent conduire à une accumulation de certains composés comme le phosphore et les métaux lourds dans les sols agricoles [7].

L'activité d'élevage est aussi à l'origine de pollutions atmosphériques par l'émission d'un grand nombre de composés gazeux. Parmi ces gaz, certains sont particulièrement préoccupants tels l'ammoniac, le méthane, le protoxyde d'azote et l'hydrogène sulfuré [8].

1. 2 Effluents de l'industrie laitière

1. 2. 1 Spécificité des effluents :

Comme toutes les industries agro-alimentaires, les industries laitières génèrent une pollution organique essentiellement biodégradable provenant des pertes de matières premières au cours du traitement et de la transformation du lait et les produits de nettoyage utilisés. Les eaux usées des laiteries et fromageries renferment des matières essentiellement organiques et biodégradables auxquelles s'ajoutent divers produits de nettoyage (détergents, désinfectants).

Cependant, la très forte concentration de ces rejets organiques sous forme soluble (concentrations élevées en lactose, acides aminés, petits peptides, des sucres, des protéines, des graisses, des résidus d'additifs, etc...)est facilement biodégradables, ce qui constitue une **'véritable aubaine'** pour les microorganismes qui y trouvent les sources de carbone-énergie

dont ils ont besoin pour leur croissance. Ces polluants impliquent une augmentation de la DBO (surtout lors de la fabrication de fromages, crèmes ou beurre) ce qui rend impossible le rejet pur et simple dans le milieu naturel [16].

1. 2. 2 Origine des rejets en laiterie

L'origine des effluents laitiers dépend de la nature du produit formé et donc des procédés mis en œuvre dans la laiterie :

- ◆ Les ateliers de pasteurisation du lait ne déversent que des eaux de lavage, correspondant à un lait très dilué.
- ◆ L'industrie des produits frais (yaourts et fromages frais) rejettent des eaux qui peuvent être assez concentrées.
- ◆ Les fromageries et caséineries produisent du sérum riche en lactose et pauvre en protéines, les beurreries produisent du babeurre riche en lactose et en protéine mais pauvre en matière grasse. Le babeurre et le sérum constituent une pollution considérable.

1. 2. 3 Impact des effluents laitiers sur l'environnement et leur pouvoir polluant

Les effluents laitiers ont une charge organique extrêmement élevée. C'est cette matière qui, concentrée dans les eaux ou les sols, provoque une pollution par asphyxie du milieu récepteur: pollution des petits cours d'eau, colmatage des sols autour des points de rejets, génération d'odeurs indésirables dues à la fermentation, graves perturbations des cycles biologiques et du milieu naturel lorsqu'elles sont en trop grande quantité (eutrophisation).

La charge polluante peut être très variable. Ainsi, les effluents de fromagerie demeurent les plus chargés en matière organique et peuvent être 3 à 80 fois plus chargés que les effluents d'autres laiteries (3 fois en comparaison aux eaux blanches et 80 fois en comparaison aux eaux usées de fabrication de lactosérum). Il paraît alors évident que le lactosérum a un poids très important dans la charge organique des effluents.

1. 2. 4 Le lactosérum

Le lactosérum est, généralement, défini comme la partie du liquide ou du sérum de lait résiduel qui reste après la séparation du caillé à partir de la coagulation du lait par des enzymes protéolytiques ou des acides. Le lactosérum a une couleur jaune/vert, ou parfois même teinte bleuâtre, mais la couleur peut être changée avec le type de lait utilisé. Il peut être produit à partir de différents types de lait, mais le lait de vache est le plus populaire en Algérie, alors que, dans d'autres régions du monde, le lait de chèvre, de brebis et même de chameau est utilisé dans la production de fromages et de lactosérum [17]. En effet, le lactosérum représente environ 85-95% du volume de lait et conserve environ 55% des éléments nutritifs du lait [18]. La **figure 1** représente l'analyse comparative du lait et de composés du lactosérum.

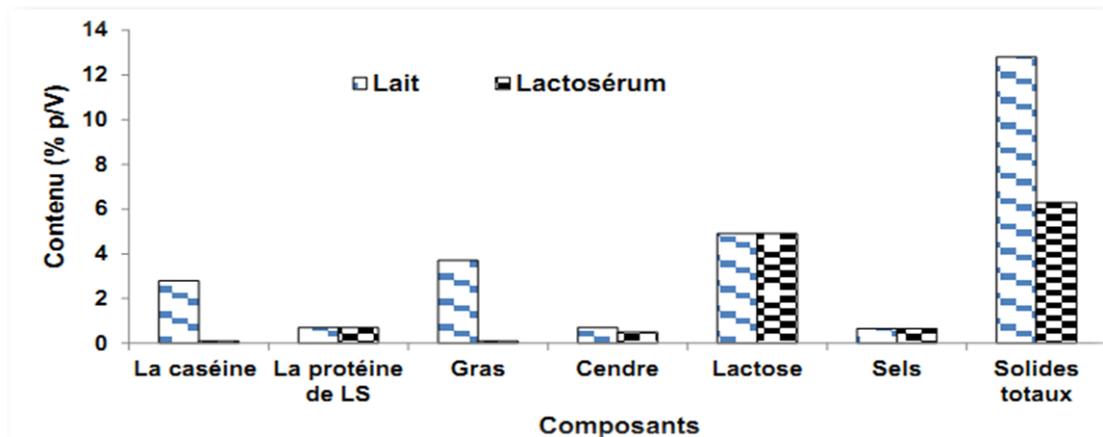


Figure 1 La comparaison des composantes du lait de vache et du lactosérum (LS)

1) Types de lactosérum

Le lactosérum doit être considéré comme un produit dérivé plutôt qu'un sous-produit de la fabrication des fromages, ou de la caséine. On distingue deux types de lactosérum : celui résultant de la coagulation des laits non acides, par la présure, et qu'on appelle « lactosérum doux » et celui résultant de la fabrication des fromages à pâtes fraîches, à pâtes molles ou de la caséine lactique appelé « lactosérum acide » [19].

a. Lactosérum doux

Il est obtenu après la coagulation de la caséine sous l'action de la présure sans acidification préalable, on obtient alors un sérum doux, pauvre en sels minéraux et riche en protéines [20].

Lorsque le lactosérum de fromagerie n'est pas traité avec toutes les précautions nécessaires, la poursuite de fermentation naturelle augmente son acidité. Le lactosérum doux issu de la fabrication de fromage à pâte pressée cuite ou non cuite, est de pH variant entre 5 et 6.3 [21].

b. Lactosérum acide

Il est obtenu après la coagulation du lait par précipitation des caséines à leur pH isoélectrique de **4.6** par ajout d'acide fort ou d'acide lactique [22]. La caséine est combinée à des sels de calcium, ainsi l'acidification entraîne sa déminéralisation qui fait passer dans le sérum une part importante d'éléments minéraux, notamment le calcium et le phosphore [20].

Les lactosérums acides sont moins riches en lactose et plus riches en minéraux. Ils sont aussi plusensemencés en germes lactiques et moins sujets à des fermentations que les lactosérums doux [23]. Leurs teneurs élevées en acide lactique et en minéraux posent des difficultés pour la déshydratation ; aussi les lactosérums acides sont souvent utilisés à l'état liquide alors que les sérums doux sont généralement déshydratés [23].

2) Composition du lactosérum

Le lactosérum est principalement composé d'eau (plus de 90 %). Il contient aussi une forte teneur en lactose (**75 % de la matière sèche (MS) du lactosérum correspond au lactose**), une faible teneur en matières grasses, des protéines solubles du lait (**soit environ 20% des protéines totales du lait**) et divers minéraux. Il renferme également d'autres composants, tels que l'acide citrique et l'acide lactique, des matières azotées non protéiques comme l'urée et l'acide urique et des vitamines du groupe B, à savoir la vitamine B1 (thiamine), la vitamine B2 (riboflavine) et la vitamine B6 (pyridoxine).

Par ailleurs, la composition du lactosérum dépend du lait d'origine et varie légèrement suivant son type [24] :

	Lactosérum doux		Lactosérum acide	
	Valeur moyenne	Valeur extrême	Valeur moyenne	Valeur extrême
MS/MB (%)	7	5,5-7,7	7	5,5-7,5
Matières azotées totale (g/litre)	9	7-11	8	4,8- 10,5
Lactose (g/litre)	50	40-57	45	38-55
Calcium (g/litre)	0,5	0,3-0,9	1	0,3
Phosphore (g/litre)	0,4	0,3-0,8	1	4-5
pH		5,7-6,5		

Tableau 2 : Caractéristiques physico-chimiques du lactosérum

3) Pouvoir polluant du lactosérum

Le lactosérum a été, pour longtemps, considéré comme un déchet. Il était épandu dans les champs ou utilisé tel quel pour l'alimentation animale. Dans la plupart du temps, il est rejeté dans les eaux résiduaires des usines laitières.

Par sa composition riche en matière organique, son rejet dans l'environnement constitue une source de pollution à cause de sa grande demande biologique en oxygène entre 32000 et 60000 mgd'O₂/L, [25]. Le lactosérum engendre une pollution organique importante soit : le rejet d'un litre de lactosérum correspond à environ 85% de la pollution journalière générée par habitant [26].

Le coût de traitement du lactosérum en station d'épuration élève le prix de revient des industries laitières. L'épandage est également une destination envisagée mais les volumes annuels produits (plus de 145Mt/an [27]) satureront vite cette solution. Enfin si on se réfère à la composition du lactosérum, on y trouve des composés d'intérêt ; d'où la possibilité de valorisation [28].

4) Utilisation du lactosérum

Environ 50% du total de lactosérum produit dans le monde est traité et transformé en différents produits alimentaires, dont environ 45% sont utilisés directement sous forme liquide, 30% sous forme lactosérum en poudre, 15% comme lactose et divers sous-produits, et le reste sous forme des concentrés de protéines de lactosérum [29].

Étant donné que le lactose est le principal composant des matières solides du lactosérum, ainsi que les protéines solubles, les vitamines et des minéraux, divers procédés biotechnologiques ont été mis au point pour utiliser le lactosérum comme substrat pour produire des produits industriels importants tels que des enzymes, des protéines riches en biomasse et de l'éthanol. Par contre, d'autres procédés physiques sont utilisés pour la conversion directe de lactosérum en des produits importants [30].

L'utilisation du lactosérum dans la biotechnologie vient de par sa composition biochimique qui possède d'intéressantes propriétés comme milieu de fermentation pour plusieurs microorganismes assimilant le lactose comme source de carbone et d'énergie. A titre d'exemple, la culture des levures de bière.

Une quantité considérable de lactosérum est utilisée dans l'alimentation animale. Il constitue aussi un ingrédient alimentaire à valeur ajoutée, utilisé dans une vaste gamme d'aliments et de boissons [36]. De plus, il est utilisé pour enrichir les aliments ou les régimes pauvres en protéines. D'autre part, il est utilisé en pathologie pour l'alimentation des malades diabétiques ou des sujets souffrant de mal nutrition et en alimentation de soutien pour les sportifs et les personnes âgées [37].

5) Valorisation énergétique du lactosérum

a. Production de bioéthanol

La filière bioéthanol peut apporter une contribution significative à la réduction des émissions de CO₂ dues aux transports. Le bioéthanol à partir du lactosérum se base sur la fermentation alcoolique du lactose, puisqu'il est le sucre le plus abondant dans ce coproduit, mais le plus important dans le procédé de fermentation, c'est la sélection de microorganismes qui ont une grande capacité de fermenter le lactose en éthanol dans un délai très court et en présence d'oxygène.

Avec l'étude bibliographique, il est démontré que les levures de genre **kluveromyces** possèdent cette capacité typique. Une fois le lactose hydrolysé en glucose et galactose, les deux sucres sont ensuite utilisés au cours de la glycolyse pour produire de l'éthanol et du dioxyde de carbone selon la réaction de Gay Lussac [38] :



b. Production de biogaz

La digestion anaérobie ou méthanisation consiste à transformer la matière organique (sucres, protéines et graisses) en l'absence d'oxygène pour produire du biogaz, c'est à dire un mélange de méthane et de gaz carbonique. La transformation est réalisée par un ensemble de bactéries anaérobies. Dans certains cas et pour des substrats particuliers (eaux usées industrielles, déchets alimentaires...), le processus peut être réalisé en deux étapes dans deux cuves différentes, l'une pour l'acidification et l'autre pour la méthanisation ou dans une seule cuve.

La méthanisation présente des avantages pour l'épuration des effluents très chargés comme le petit-lait, avant leur rejet en station d'épuration. Le biogaz se prête, éventuellement après épuration, à toutes les applications du gaz naturel.

La production de méthane devrait donc représenter une source importante d'énergie utilisée comme carburant ou pour produire de l'électricité [39].

1.3 Les boues de station d'épuration

Les boues sont produites durant le traitement des eaux résiduaires urbaines ou industrielles, dont les caractéristiques dépendent de l'origine des eaux traitées (municipal, industriel, etc....).

Dans ce cas la digestion anaérobie est utilisée pour la stabilisation et la réduction de la quantité de boues. Le biogaz ainsi produit couvre partiellement les besoins énergétiques de la station d'épuration. [40]

Dans le cas du traitement des eaux usées, nous pouvons distinguer 3 types de boues pouvant être digérées par voie anaérobie.

1. 4. 1 Les boues primaires

Elles sont issues de la décantation des eaux usées en tête de processus. Ce sont les boues les plus fermentescibles pouvant être issues d'une STEP. Cette étape de décantation étant située en amont du traitement, les boues sont très chargées en matière organique biodégradable.

1. 4. 2 Les boues secondaires

Elles sont issues d'une étape de décantation située en aval du bassin d'aération. Etant donné qu'une partie de la matière organique a déjà été stabilisée au cours du traitement réalisé dans les bassins d'aération, la digestion anaérobie de ce type de boue est moins intéressante du point de vue du rendement énergétique.

2. Biométhanisation

2. 1 Définition

Le processus de méthanisation par voie microbienne consiste en une dégradation de la matière organique ou minérale en un mélange constitué principalement de méthane et de gaz carbonique appelé «biogaz», par une communauté microbienne fonctionnant en anaérobiose.

Cette fermentation se réalise spontanément dans des écosystèmes naturels, où la matière organique est présente dans un milieu anaérobie et dans des conditions compatibles avec l'expression du vivant. Ces communautés microbiennes méthanogènes se retrouvent ainsi dans les marais, les rizières, les sédiments lacustres et marins, le sol, l'intestin de mammifères et le tractus intestinal de certains termites [23].

La méthanisation est l'un des plus anciens processus métabolique à être développés par les organismes. Il devait être présent il y a longtemps, lorsqu'il n'y avait pas massivement d'oxygène dans l'atmosphère et que la Terre était un milieu essentiellement réducteur. Des études estiment l'apparition des organismes méthanogènes entre -4,11 et -3,78 milliards d'années passées [41].

La production de méthane à partir de la matière putrescible est connue depuis des siècles. Vers 1630, Van Lemond découvrit que la fermentation de la matière organique dégage un gaz inflammable [42]. En 1776, Alessandro Volta démontra que le gaz émis par les

marais est combustible. En 1787, Lavoisier prouve que ce gaz inflammable est le «gashydrogeniumcarbonatrum », c'est-à-dire le même gaz qui sera appelé, à partir de 1865, méthane [43]. C'est probablement à cause de cette origine que le méthane est aussi connu comme « gaz des marais ». Si cette émission de CH₄ dans les marais est connue depuis longtemps, le rôle des micro-organismes dans ce processus n'a été découvert que bien plus tard. D'ailleurs, la compréhension complète de ce processus est, encore aujourd'hui, loin d'être achevée [44].

Outre son importance comme gaz combustible, le méthane constitue également un important gaz à effet de serre (GES). Avec un temps de résidence d'environ 12 ans dans l'atmosphère et une concentration de 1,774 ppm en 2005, il est considéré comme étant le deuxième gaz responsable du réchauffement du globe, juste après le CO₂ [45]. Il est important de souligner qu'un kilogramme de méthane a une influence 21 fois plus importante qu'une même quantité de CO₂ pour le réchauffement climatique [46].

Le méthane atmosphérique a une origine essentiellement biologique, soit naturelle ou provoquée par l'homme. De 70 à 80 % des émissions totales de ce gaz sont causées par des microorganismes, dont les sols inondés et l'élevage sont les principaux responsables. Les 20 à 30 % restants proviennent de l'exploration et de l'utilisation de combustibles fossiles, de la combustion de biomasse et des fuites de méthane géologique par fissures ou par volcans [41]

Par ailleurs la biométhanisation est l'action qui consiste à reproduire, au travers d'un processus industriel, les conditions nécessaires de la méthanisation dans le but de produire la plus grande quantité de biogaz à partir de biomasse. [47]

A la fin de ce processus on aboutit à la production :

- D'un produit humide riche en matière organique partiellement stabilisée appelé digestat dont on envisage son épandage après une éventuelle phase de maturation par compostage ;
- De biogaz, mélange gazeux saturé en eau à la sortie du digesteur et composé d'environ 50 à 70 % de méthane (CH₄), de 20 % à 50 % de gaz carbonique (CO₂) et des traces de NH₃, N₂, H₂S). Le biogaz a un pouvoir calorifique inférieur (PCI) de 5 à 7 kWh/Nm³. Cette énergie renouvelable peut être utilisée sous différentes formes : combustion pour la production d'électricité et de chaleur, production d'un carburant, ou injection dans le réseau de gaz naturel après épuration [48].

La méthanisation permet donc de transformer des déchets organiques en énergie à travers la production d'un biogaz riche en méthane. Elle permet ainsi d'agir sur notre environnement en éliminant des déchets et de plus, produit une énergie « verte » car la matière utilisée est issue du vivant (animal ou végétal). [49].

2.2 Les étapes de la bio-méthanisation :

La méthanisation de la matière organique passe par différentes étapes et met en jeu un grand nombre de micro-organismes. Il existe de nombreux intermédiaires entre la matière organique initiale et le biogaz final.

La **figure 2** montre les principales voies métaboliques et le type de micro-organismes qui interviennent.

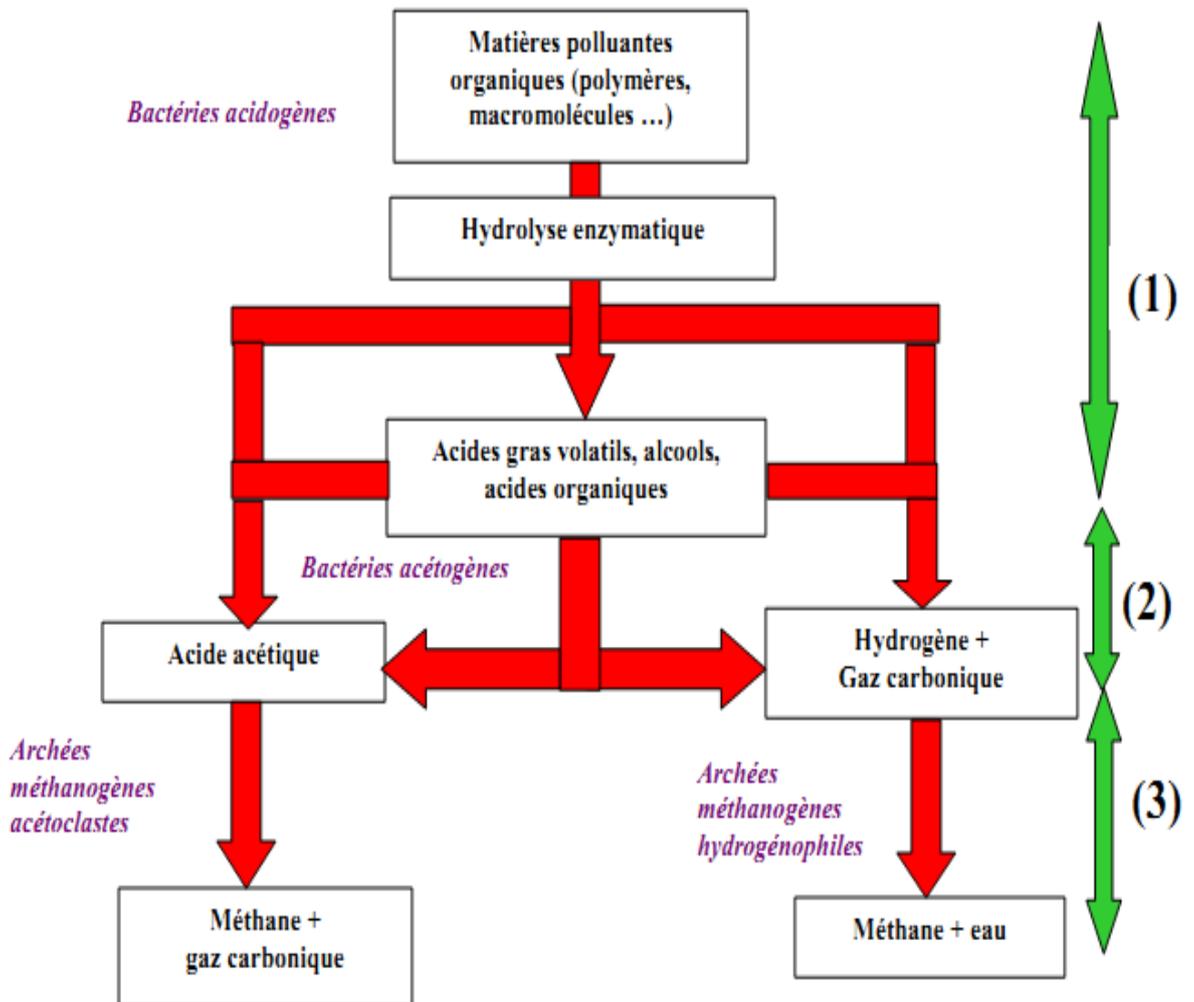


Figure 2: Principales voies métaboliques et populations microbiennes impliquées dans la méthanisation. [48]

La méthanisation est décrite traditionnellement en trois phases:

A. L'hydrolyse et acidogénèse

Dans cette étape réalisée par des bactéries hydrolytiques et fermentatives, les macromolécules et les particules solides sont hydrolysées en monomères (petites particules) puis fermentées principalement en acides gras volatils (ou AGV tels que les acides acétique, propionique, butyrique, valérique, etc...), en alcools, en d'autres acides organiques (lactique...), en hydrogène et en gaz carbonique.

L'étape d'hydrolyse des macro-molécules et des particules organiques est généralement lente c'est pourquoi elle est la réaction limitante. Ceci est particulièrement vérifié lorsque les particules solides contiennent de l'aniline, par contre les vitesses d'acidogénèse à partir des monomères sont très rapides.

B. L'acétogénèse

Dans l'étape d'acétogénèse, ces intermédiaires métaboliques sont transformés en acétate, hydrogène et gaz carbonique grâce notamment, à trois groupes de bactéries : les acétogènes productrices obligées d'hydrogène (qui sont des bactéries syntrophiques), les bactéries homo-acétogènes, et des bactéries sulfato-réductrices qui peuvent avoir une des fonctions précédentes.

Les vitesses réactionnelles d'acétogénèse sont généralement lentes et soumises à des problèmes d'inhibition par la présence d'hydrogène qui modifie l'équilibre thermodynamique de la cinétique globale [49].

C. La méthanogénèse

Les bactéries méthanogènes ont la fonction de transformer l'acétate et l'hydrogène avec le CO₂ produit précédemment en méthane. Elles ont été classées dans les archéobactéries avec d'autres micro-organismes dits «extrémophiles». Les réactions mises en œuvre lors de cette phase sont représentées sur le **tableau 3**.

Les bactéries qui utilisent l'acide acétique pour former du CO₂ et du CH₄ sont dites **acétoclastes** et celles qui réduisent le gaz carbonique par l'hydrogène pour faire du méthane et de l'eau sont dites **hydrogénophiles**.

Tableau 3: Réaction de méthanogénèse [49]

Réaction		ΔG° à pH 7 (kJ. Mole ⁻¹ de CH ₄)
4 H ₂ + CO ₂	→	CH ₄ + 2 H ₂ O - 139,2
4 HCOO ⁻ + 2 H ⁺	→	CH ₄ + CO ₂ + 2 HCO ₃ ⁻ - 126,8
HCOO ⁻ + 3 H ₂ + H ⁺	→	CH ₄ + 2 H ₂ O - 134,3
4 CO + 2 H ₂ O	→	CH ₄ + 3 CO ₂ - 185,1
4 CH ₃ OH	→	3 CH ₄ + CO ₂ + 2 H ₂ O - 102,5
CH ₃ OH + H ₂	→	CH ₄ + H ₂ O - 121,1
4 CH ₃ NH ₂ + 2 H ₂ O + 4 H ⁺	→	3 CH ₄ + CO ₂ + 4 NH ₄ ⁺ - 101,6
2 (CH ₃) ₂ NH + 2 H ₂ O + 2 H ⁺	→	3 CH ₄ + CO ₂ + 2 NH ₄ ⁺ - 86,3
4 (CH ₃) ₃ N + 6 H ₂ O + 4 H ⁺	→	9 CH ₄ + 3 CO ₂ + 4 NH ₄ ⁺ - 80,2
2 CH ₃ CH ₂ - N (CH ₃) ₂ + 2 H ₂ O	→	3 CH ₄ + CO ₂ + 2 CH ₃ CH ₂ NH ₂ - 70
CH ₃ COO ⁻ + H ₂ O	→	CH ₄ + HCO ₃ ⁻ - 28,2

Lors de la méthanogénèse, d'autres substrats peuvent être consommés comme le méthanol, l'acide formique par ce type de bactéries. Le tableau 5 indique les stœchiométries des réactions réalisées et leur énergie libre standard.

Les bactéries méthanogènes sont des micro-organismes qui fonctionnent dans des conditions de milieu très strictes notamment avec des potentiels d'oxydoréduction très bas. [49].

2.3 Paramètres influençant la biométhanisation

La méthanisation est un processus biologique complexe qui nécessite certaines conditions pour se réaliser correctement. Ce processus se déroule en enceinte fermée (appelée digesteur, fermenteur, ou réacteur) généralement calorifugée afin d'y maintenir une température constante.

Les principaux paramètres pris en compte sont :

➤ La température

Dans le domaine de température 30-40°C, le procédé est dit mésophile. Il existe un second type de procédé, dit thermophile, où la température se situe en 45 et 60°C. Ce dernier procédé est plus rapide que le premier mais aussi plus fragile. [50]

➤ pH

Le pH optimum de fonctionnement est proche de la neutralité et donc à des valeurs comprises entre 6,5 et 8,5. Le pouvoir tampon du milieu joue un rôle important pour

maintenir la stabilité du système. Il est parfois nécessaire de corriger ses variations dans l'alimentation par ajouts de produits correcteurs, soude ou acide phosphorique, par exemple [49].

➤ **Alcalinité**

Dans un digesteur, on trouve deux types d'alcalinité : celle due aux AGV et celle due aux bicarbonates.

L'alcalinité due aux bicarbonates de calcium doit être relativement élevée pour que le processus puisse fonctionner. On considère, en général, qu'il est nécessaire d'avoir au moins à 1000 mg/L d'alcalinité (exprimée en CaCO_3) dans un réacteur qui fonctionne bien [51]. Le carbonate joue non seulement le rôle de pouvoir tampon mais contribue aux équilibres des diverses formes du gaz carbonique dissous. Un effluent chargé en azote organique va produire dans le digesteur de l'azote ammoniacal, qui contribuera à générer de l'alcalinité, permettant ainsi un fonctionnement plus stable du digesteur.

La détermination de la concentration en Acides Gras Volatils permet de s'assurer que les réactions de dégradation se déroulent correctement. En effet, la principale cause d'acidification du milieu se situe au niveau de l'accumulation d'acides gras volatils. Une concentration en AGV inférieure à 3 g/L est préconisée [52].

Cependant dans la digestion des déchets solides, et en particulier dans les digesteurs fonctionnant en voie sèche, des taux d'AGV supérieurs (5 g/L) peuvent être constatés, sans affecter le rendement de dégradation. Le rapport AGV/TAC est également important ; il est conseillé qu'il demeure inférieur à 0.8 [53].

➤ **Agitation**

Une bonne agitation permet de maintenir les matières solides en suspension, d'éviter la formation de mousse ou de croute, d'accroître la surface d'échange, d'assurer le transfert de chaleur et de faciliter le dégagement des bulles de biogaz.

➤ **Potentiel d'oxydoréduction :**

Ce paramètre représente l'état de réduction du système, il affecte l'activité des bactéries méthanogènes. Ces bactéries exigent en effet, outre l'absence d'oxygène, En culture pure, de faibles potentiels redox (-300 à -330 mV).

Dans un digesteur en pleine activité, on mesure des potentiels redox nettement plus élevés (-50 mV à 0 mV). Il importe, pour favoriser l'activité des bactéries méthanogènes, d'assurer un potentiel redox favorable en tout point du digesteur pour initier leur croissance [71]

2.4 Facteurs d'intoxication [54]

L'activité bactérienne mise en jeu lors de la digestion anaérobie est très complexe et très sensible, il est donc important de mettre en œuvre des pratiques pour maintenir dans le digesteur des conditions favorables aux bactéries et donc maintenir un bon fonctionnement de l'unité de méthanisation.

Les paramètres suivis sont souvent de nature économique (directement ou indirectement) ou agronomique comme le taux de charge du digesteur, le temps de séjour dans le digesteur, le potentiel méthanogène du substrat, la quantité de biogaz produit ou encore la qualité du digestat. Mais ces paramètres ne permettent pas d'appréhender l'aspect biologique dans le digesteur. Il est important de suivre quelques paramètres d'ordre biologique afin de prévenir et de maîtriser les perturbations possibles du processus, comme les intoxications des bactéries.

2.4.1 Intoxication aux AGV (acidose)

L'acidose correspond à la chute du pH dans le digesteur, entraînant un dysfonctionnement des bactéries méthanogènes et donc une diminution de la production de biogaz. L'acidose peut être due à un substrat trop abondant et trop fermentescible (accumulation d'AGV) ou à une inhibition des bactéries acétogènes ou méthanogènes (variation de température, présence d'antibiotique, d'H₂S, de métaux lourds...).

Les conséquences de cette intoxication sont la baisse du pH, la diminution de la quantité de biogaz produite et la perte de qualité du biogaz (augmentation de la concentration en CO₂). Lorsque l'on détecte ces problèmes, il est déjà trop tard, le dysfonctionnement est installé. Certains paramètres peuvent permettre de prévenir l'intoxication :

- ◆ L'augmentation de la pression partielle d'H₂ dans le biogaz, l'H₂ étant un inhibiteur des bactéries acétogènes, son augmentation traduit un début de dysfonctionnement.
- ◆ La diminution de l'alcalinité totale (pouvoir tampon) du milieu.

- ◆ L'accumulation d'AGV et le changement de composition (de plus en plus d'AGV de grande taille).

Quand l'acidose est détectée, l'arrêt de l'apport de substrat, le mélange du milieu pour favoriser l'activité des bactéries et l'ajout d'une base (NaHCO_3 par exemple) peuvent permettre au système de redevenir fonctionnel.

2.4.2 Intoxication à l'ammoniac NH_3 (alcalose)

L'ammoniac est toxique pour les bactéries acidogènes et acétogènes. Par contre l'hydrolyse et la méthanogénèse sont encore fonctionnelles tant que du substrat est disponible pour ces bactéries. Ainsi on observe dans le digesteur une accumulation des produits de l'hydrolyse (acides aminés, acides gras...) et une diminution de la quantité et de la qualité de biogaz produit.

Cet excès de NH_3 dans le digesteur peut être la conséquence d'un substrat en entrée trop riche en protéine, forte teneur en N ($\text{C/N} < 30$) comme les lisiers ou les fumiers de volaille par exemple. Pour remédier à ce problème il faut apporter un substrat moins riche en protéine et fortement fermentescible ($\text{C/N} > 30$) pour relancer l'activité des bactéries.

2.4.3 Intoxication au dihydrogène de soufre (H_2S)

Tout comme le NH_3 , le H_2S a un effet inhibiteur sur l'acétogénèse et l'acidogénèse. Les conséquences sur l'activité bactérienne sont donc semblables à une intoxication au NH_3 , on observe une accumulation des produits de l'hydrolyse et une diminution de la quantité de biogaz produit.

La forte présence de protéines dans le substrat est, comme pour le NH_3 , responsable de cette intoxication. En effet, les protéines contiennent du soufre, en faible quantité dans certains acides aminés. Une attention particulière doit donc être portée à la qualité du substrat pour éviter cette intoxication.

2.4.4 Intoxication à l'oxygène (O_2)

L'oxygène inhibe quasiment toutes les phases de la méthanisation mis à part l'hydrolyse qui peut persister en milieu aérobie. Ainsi on observe une accumulation des produits de l'hydrolyse et un arrêt de la production de CH_4 .

La principale source d'oxygène dans le digesteur est l'introduction par les substrats poreux (comme la paille par exemple) ou par des erreurs de manipulation qui entraînent une entrée d'air dans le digesteur. Afin de palier à ce problème il est préférable d'utiliser des substrats denses, et dans le cas des pailles, il est recommandé de la défibrer avant (pas de soucis avec la paille piétinée par les animaux présente dans les fumiers).

2.5 Avantages de la biométhanisation

Outre le fait que la biométhanisation est une source importante de production d'énergie, elle répond également à des considérations relatives à la gestion des déchets et à l'environnement.

La biométhanisation se décline aujourd'hui sous de multiples solutions environnementales:

- Le traitement des déchets ;
- La valorisation de sites pollués ;
- La réduction des émissions de gaz à effet de serre (CH_4 , CO_2) ;
- La production de fertilisant naturel peu énergivore plus rapidement assimilable;
- La production d'énergie (CH_4) exploitable sous différentes formes: thermique, électrique ; production de carburant ;
- La production d'énergie renouvelable pouvant être : stockée, transportée sans pertes, utilisée et transformée dans des lieux et à des moments différents de la production ;
- La valorisation de ressources disponibles et parfois mal valorisées ;
- La diversification des activités agricoles. [47]

2.6 Les contraintes de la bio-méthanisation

Le choix de la méthanisation nécessite de considérer certains points lors de la conception du projet :

- S'assurer de la maîtrise de la ressource des déchets à méthaniser.
- Vérifier la valorisation énergétique possible du biogaz : valorisation chaleur sur site en cas de cogénération, injection possible ou non dans le réseau de gaz naturel. [48]
- Gestion du processus chimique:
- Les conditions de la réaction sont à contrôler avec attention d'une part pour des raisons de sécurité car le processus peut être explosif, et d'autre part pour des raisons de

rendement. En effet, pour que la réaction se déroule dans de bonnes conditions, il faut assurer une bonne homogénéité de la température dans le digesteur et une bonne répartition de la flore bactérienne à l'origine du processus de méthanisation.

- Contrôler le pH. Les bactéries anaérobies et notamment les bactéries méthanogènes sont sensibles aux variations de pH. Le pH optimal du processus de méthanisation se situe entre 6,5 à 7,5.
- L'accumulation d'acides gras volatils lors d'une surcharge du méthaniseur entraîne une chute rapide du pH à des valeurs inférieures à 5,0 ce qui entraîne une inhibition du processus de méthanisation. Par ailleurs, un taux de charge trop élevé peut amener à l'arrêt de la digestion anaérobie due à une présence trop importante d'acides gras.

2.7 Types de procédés de bio-méthanisation

La méthanisation est un processus qui peut se développer selon plusieurs conditions distinctes. Quand il s'agit des procédés anthropiques, les matières sont traitées dans des cuves fermées, aussi appelées réacteurs ou digesteurs, afin de produire le biogaz [48].

Contrairement à ce qui se passe dans la digestion aérobie, où un fort dégagement de chaleur est produit, la digestion anaérobie est faiblement exothermique [55]. Pour cette raison, une bonne isolation thermique des réacteurs, et parfois des systèmes de chauffage, sont essentiels pour une production optimale de biogaz. Dans la plupart des cas, cet apport d'énergie thermique est fourni par la combustion du méthane produit par l'installation elle-même [56]. Il est estimé qu'un tiers de l'énergie produite par le biogaz est utilisé pour réchauffer le digesteur.

Par rapport aux procédés de méthanisation, on peut les classer en fonction de la température des réactions, de la teneur en matière sèche du substrat et selon le fonctionnement des digesteurs, c'est-à-dire selon les modes d'alimentation et d'évacuation des réacteurs.

2.7.1 La teneur en matière sèche

La teneur de la matière sèche dans les procédés à voie humide est de moins de 15%. On retrouve, régulièrement, ces types de procédés pour les effluents dits liquides (boues, lisiers, ...). Néanmoins, Ils conviennent bien pour les déchets solides dilués.

En revanche, la teneur de la matière sèche dans les procédés en voie sèche se situe entre 15 et 40 %. Ces procédés ont été développés pour traiter les déchets solides. Ils nécessitent un volume moindre (substrat concentré) mais une bonne maîtrise de la circulation de la matière (pompage et brassage).

Le **tableau 4** illustre les différences entre méthanisation par voie sèche et humide :

Tableau 4: Différences entre méthanisation par voie sèche et humide [48]

	Méthanisation par voie humide (< 15 % de matière sèche)	Méthanisation par voie sèche (15-40 % de matière sèche)
Avantages	Bonne homogénéisation du substrat Optimisation du transfert de matière et de chaleur Amélioration de la production de biogaz	Flux de matière limité Taille réduite du méthaniseur Taux de matière sèche équivalent à celui de déchets entrants
Inconvénients	Flux de matière élevé (car dilution) Coût de déshydratation du digestat Production forte de jus et de lixiviats Important volume des réacteurs	Conditions moins favorables des transferts matière et chaleur

2.7.2 Température de réaction

Les principales différences entre la méthanisation mésophile et la méthanisation thermophile sont résumées dans le **tableau 5** :

Tableau 5: Comparaison entre la méthanisation mésophile et la méthanisation thermophile. [48]

	Méthanisation mésophile 35-40 °C	Méthanisation thermophile 50-65 °C
Température	35-40 °C	50-65 °C
Spécificités	Environ 20 % de chaleur autoconsommée Le plus couramment utilisé Biologie plus stable donc plus facile à maîtriser	Environ 35 % de chaleur autoconsommée Hygiénisation plus poussée des germes pathogènes (présente un intérêt lors de l'utilisation de biodéchets) Temps de séjour plus court Meilleure dégradation des chaînes carbonées Biologie plus difficile à maîtriser Risque d'inhibition à l'ammonium plus forte

2.7.3 Les modes d'alimentation et d'extraction des déchets

- ◆ Les procédés continus : l'alimentation et la vidange du digesteur se font en permanence avec une quantité entrante équivalente à celle sortante. Ils sont bien

adaptés au traitement des déchets liquides. Ce sont les plus fréquents car ce sont aussi les moins exigeants en maintenance.

- ◆ Les procédés discontinus, dits « batch » : les digesteurs sont remplis puis vidés séquentiellement lorsque la production de biogaz chute ou devient nulle.
- ◆ Les procédés semi-continus : le digesteur est progressivement rempli par des charges successives convenablement réparties dans le temps. La vidange est réalisée lorsque le volume utile du digesteur est atteint et que la production de biogaz n'est plus suffisante.

2. 8 La co-méthanisation des co-produits solides et liquides :

La co-méthanisation des déchets liquides et ou solides est une fermentation anaérobie de l'association de deux ou plusieurs déchets. Elle fonctionne avec les mêmes principes de base que la méthanisation du mono-substrat. La co-méthanisation peut être une association des co-produits liquides/liquides, solides/solides ou liquides/solides. Cette technologie est une option intéressante pour améliorer les rendements de la digestion anaérobie des déchets en raison des synergies positives établies dans le milieu de digestion (interactions positives entre les co produits peuvent résulter la co-digestion anaérobie).

La co-méthanisation présente plusieurs avantages par rapport à la méthanisation d'un seul produit. Le principal avantage de la co-méthanisation résultant de l'association de plusieurs co-produits est l'augmentation du rendement en méthane du biogaz produit pendant le processus [57]. Cette augmentation de rendement est due à l'équilibre de nutriments obtenu par l'association de plusieurs co-produits. Les apports de nutriments améliorent le taux en matières organiques du digesteur.

La co-méthanisation a pour principal objectif de maintenir la stabilité du processus. Cette stabilité du processus englobe le bon fonctionnement du milieu réactionnel (pouvoir alcalin, inhibition, équilibre en ratio C/N, ajustement de taux de siccité, ...). Une méthanisation stable est traduite par un bon rendement en méthane du biogaz produit pendant le processus.

Maintenir la stabilité du processus de la méthanisation se traduit par plusieurs aspects de fonctionnement du processus. Souvent le maintien du pouvoir alcalin du milieu réactionnel

dans la plupart des cas de la méthanisation est ajusté par des ajouts de réactifs chimiques. Soit par ajout de solution acide ou basique selon la valeur du pH. Dans le cas de la co-méthanisation des déchets, avec du lisier de porc (pH basique), le pouvoir tampon du milieu réactionnel pourrait être ajusté par l'équilibre de la proportion en mélange de la dilution journalière.

La méthanisation des substrats riches en protéines comme les lisiers (déchets de fermes), les bio-déchets (déchets municipaux) et des déchets des industries agro-alimentaires rencontre très souvent le problème d'inhibition par l'accumulation des produits azotés.

L'association des substrats riches en carbohydrates tels que les fumiers, ou les résidus de culture pourrait être une alternative pour contourner ce risque d'inhibition [58]. En revanche, les fumiers ont des potentiels méthanogènes un peu faibles par rapport à d'autres déchets organiques (lactosérum par exemple). Ces déchets sont pauvres en matières organiques biodégradables. Afin de pouvoir éliminer le maximum de quantité de ces derniers, et d'améliorer le rendement en méthane pendant leur méthanisation, ils doivent être associés avec des substrats riches en matières organiques solubles comme le lactosérum.

Pour permettre aux bactéries de se développer dans les conditions de travail optimales, la teneur en matière sèche des mélanges des déchets solides est un facteur important. Un ajout des co-produits liquides (boues de STEP) soit à titre de composant du mélange est nécessaire.

2.9 Produits de la méthanisation

2.9.1 Le biogaz

A. Les caractéristiques moyennes du biogaz

Dans les conditions normales, c'est à dire à une pression de 101325Pa et une température de 273.15 K, les caractéristiques moyennes du biogaz sont exprimées par le **tableau 6** suivant [55]:

Tableau 6: Caractéristiques moyennes du biogaz

Caractéristiques	Valeurs moyennes	Unité
PCI	9.94	KWh/m ³
Poids spécifiques	0.68	Kg/m ³

Densité par rapport à l'air	0.55	-
Limites d'inflammabilité dans l'air	7 à 14	%
Vitesse de déflagration	0.38	m/s
Température de déflagration	-161.60	°C

La composition du biogaz varie selon les matières digérées et le temps de traitement. Habituellement, la concentration de méthane se situe entre 50 et 80 %, 60 % étant la valeur la plus fréquemment rapportée par les usines. En plus du méthane, l'autre gaz principal formé est le CO₂. Les gaz présents en faibles concentrations sont le H₂S, le NH₃ en plus de la vapeur d'eau jusqu'à son point de saturation. Ces derniers gaz doivent être traités selon l'utilisation prévue pour le biogaz afin de ne pas endommager les équipements [59].

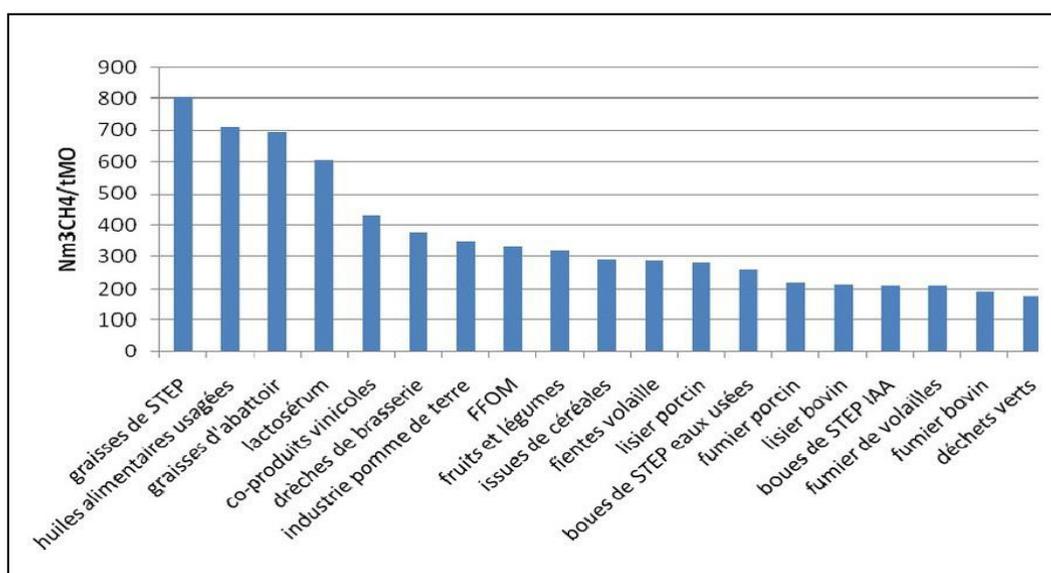


Figure 3: Production de biogaz en fonction de la matière organique [47]

Le **tableau 7** indique la composition moyenne du biogaz.

Tableau 7: Composition moyenne du biogaz [60]

Gas	CH ₄ (%)	CO ₂ (%)	H ₂ S (%)	NH ₃ (%)	H ₂ O (%)
Composition	55-80	20-45	0-1,5	0-0,5	Saturé

Une fois le biogaz produit plusieurs utilisations sont envisagées, à la limite il peut être simplement brûlé, si les seuls buts de la digestion sont le traitement et la stabilisation des matières putrescibles.

Cette destruction du méthane est importante à cause de la puissance de réchauffement du méthane comme GES, donc sa transformation en CO₂ à plus faible puissance de réchauffement est souhaitable. En revanche, l'utilisation de son énergie à des fins utiles est fréquemment mise en œuvre.

B. Valorisation du biogaz

La valorisation énergétique du biogaz peut prendre plusieurs formes :

- ❖ **La production de chaleur** : le biogaz est brûlé dans une chaudière classique.
- ❖ **La production séparée de chaleur et d'électricité** : le biogaz est brûlé pour une part dans une chaudière et pour une autre part dans un moteur thermique relié à un alternateur qui produit de l'électricité.
- ❖ **La production combinée de chaleur et d'électricité (cogénération)** : le biogaz alimente un moteur thermique relié à un alternateur qui produit l'électricité et de la chaleur est récupérée dans les gaz d'échappement et au niveau du moteur.

- ❖ **Carburant pour automobile:**

1 m³ de méthane est équivalent à un litre de carburant

2. 9. 2 Le digestat

A. Caractéristiques du digestat

La matière non dégradée suite au processus de digestion est appelée digestat. Le digestat brut peut représenter entre 70 et 90% de la quantité initiale des intrants, dépendamment du taux de matière sèche des intrants et de leur biodégradabilité. La valorisation du digestat constitue donc une étape incontournable pour rentabiliser la digestion anaérobique [62].

La digestion anaérobique confère des propriétés spécifiques au digestat. La diversité d'intrants et des procédés influence les caractéristiques du digestat. Les matières d'origine agricole comme les effluents d'élevage, les résidus de cultures, les résidus agroalimentaires, les plantes énergétiques ou les sous-produits animaux peuvent être méthanisées au même titre que les résidus organiques d'origine urbaine.

Indépendamment de la nature des entrants et du type du procédé, l'activité microbienne associée à la DA fait augmenter le pH et favorise ainsi la conversion de l'azote organique en azote ammoniacal [63]. La concentration accrue d'azote ammoniacal (N-NH₄) par rapport aux intrants se traduit par une plus grande disponibilité de l'azote provenant des digestats. De plus, la dégradation de la matière organique réduit le taux de matière sèche et la viscosité du digestat par rapport aux intrants ce qui favorise l'infiltration dans le sol lors des épandages [64]. En revanche, les risques de volatilisation lors de l'entreposage et des opérations d'épandage sont accrus en raison du N-NH₄. Les digestats de méthanisation se distinguent des intrants par les caractéristiques suivantes [65] :

- Réduction du taux de matière organique ;
- Réduction de la demande biochimique en oxygène ;
- Augmentation du pH ;
- Réduction du rapport C/N ;
- Réduction de la viscosité ;
- Augmentation de la granulométrie >10µm (digestion des matières plus fines);
- Réduction des odeurs;
- Réduction de la teneur en microorganismes en pathogènes.

B. L'influence des paramètres de méthanisation sur les caractéristiques du digestat

Le type de procédé de méthanisation ainsi que les paramètres d'opération exercent une influence déterminante sur les caractéristiques du digestat. Par exemple, la teneur en N-NH₄ varie en fonction du temps de rétention dans le digesteur et du pH [66]. La température associée au type de digestion et le temps de séjour sont les deux facteurs qui déterminent l'efficacité du procédé à réduire les microorganismes pathogènes. Finalement, un temps de résidence minimale doit être respecté pour obtenir une digestion optimale de la matière organique et pour générer un digestat stable. Un digestat non suffisamment stabilisé peut

contenir des niveaux variables d'acides gras volatiles qui peuvent être toxiques pour les plantes [67]. La digestion anaérobique thermophile permet d'inactiver d'avantage de pathogènes que la digestion anaérobique mésophile [68]. Les caractéristiques du digestat et sa qualité agronomique sont donc étroitement liées aux paramètres de la DA.

C. Valorisation du digestat

La valorisation optimale du digestat exige une qualité et une efficacité maximale. La qualité du digestat est déterminée par le type d'intrant (et la co-digestion), le type de procédé ainsi que les traitements et le type d'entreposage. L'innocuité (chimique et microbiologique), la teneur en éléments nutritifs et l'absence de biodégradabilité (stabilité) représentent les indicateurs de qualité. L'efficacité agronomique du digestat appliqué au champ varie en fonction des modalités d'épandage et des conditions pédoclimatiques.

La majorité du temps le digestat est valorisé à l'état brut comme engrais sans aucun traitement. Lorsque la séparation de phase est utilisée, la fraction solide s'apparente davantage à un amendement organique qu'à un engrais, puisqu'elle contient plus de carbone que le digestat brut [69].



Chapitre 2
Matériel et Méthodes

1. Echantillons et prélèvement

Les rejets liquides étudiés proviennent de l'unité de production de lait et de produits laitiers de BOUDOUAOU, sis à BOUMERDES.

L'activité de la laiterie génère différentes ressources provenant de divers secteurs, seuls deux types de déchets sont retenus pour la digestion: les boues biologiques liquides (BBL) et le lactosérum (LS). Ces deux types de substrat sont utilisés dans le cadre de cette étude expérimentale.

1.1 Rejets de la laiterie :

Le lactosérum, de type doux, est issu du premier soutirage lors de la fabrication du fromage à pâte pressée (**fromages secs**). Les échantillons ont été prélevés au niveau de la cuve de coagulation à la première heure, dans un jerrycan de 5 L, en plastique stérile, et conservés au frais à 4 °C jusqu'à analyse et traitement.

Alors que l'échantillon des boues biologiques liquides est prélevé de la station d'épuration de la laiterie ; ces boues sont principalement composées d'eaux blanches contenant des pertes de lait, de produits chimiques de nettoyage, de lactosérum, mais aussi des matières solides minérales issues majoritairement des lavages de citernes et de camions.

Le prélèvement des boues activées est fait à partir du bassin de clarification qui constitue la dernière étape du traitement biologique des effluents de la laiterie :

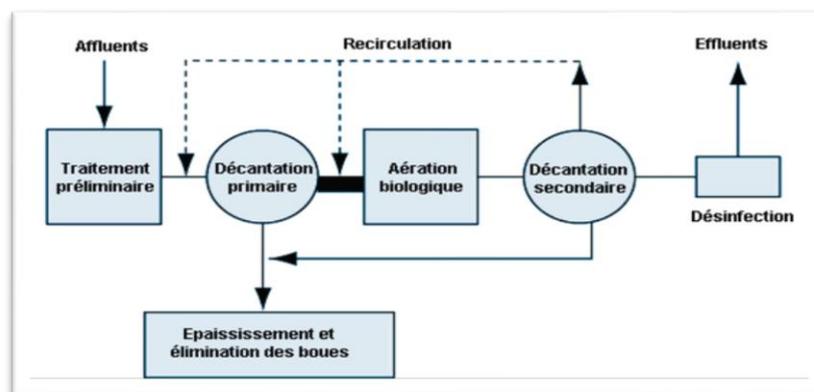


Figure 4: Filière de traitement des effluents de laiterie

L'échantillon est laissé décanter au laboratoire pendant 24h pour récupérer le maximum de matière organique puis conserver au frais jusqu'à analyse et traitement.

1.2 Bouse de vache

Les échantillons de bouse de vache, utilisés dans les co-digestions, proviennent d'une petite ferme qui se trouve dans la commune de Bouzaréah.

Les prélèvements ont été fait par le fermier, qui a réalisé des pelletées à différentes hauteurs et profondeurs du tas fumier, puis, les a mélangé dans un grand seau propre, où nous avons prélevé, ensuite, un échantillon de cinq kg et placé dans un sac plastique propre et étanche. Le sac est conservé au frais et à l'abri de la lumière avant de le ramener au laboratoire.

Pour diminuer la teneur en matière sèche, l'échantillon de bouse de vache est, ensuite, dilué à hauteur de 50%.

2. Analyses physico-chimiques des échantillons :

Les échantillons recueillis sont transportés et conservés au frais et à l'abri de la lumière. Les analyses sont effectuées selon les méthodes préconisées (**voir annexe 1**).

Les caractéristiques initiales des substrats utilisés dans les trois co-digestions sont représentées dans les tableaux 8,9 et 10 :

Tableau 8: Caractéristiques des substrats de la première co-digestion

	Lactosérum	Boues da laiterie	Mélange (50% - 50%)
pH	6,72	7,39	6,44
DCO (mg d'O ₂ /L)	67 156,14	35074,835	42545,8
MES (g/L)	7,8	13,7	10,7

Tableau 9 : Caractéristiques des substrats de la deuxième co-digestion

	Lactosérum	Bouse de vache	Mélange 30% - 70%
pH	6,22	6,68	6,58
DCO (mg d'O₂ /L)	37 130,1	31 300,0	35319,4
% TS	-	-	6,8

Tableau 10 : Caractéristiques des substrats de la troisième co-digestion

	Lactosérum	Bouse de vache	Mélange 30% - 70%
pH	6,40	6,63	6,47
DCO (mg d'O₂ /L)	40 446,9	30 249,8	35319,4
% TS	-	-	6,5

3. Méthodes d'analyse

La mesure de certains paramètres physico-chimiques est nécessaire pour suivre le déroulement du processus de fermentation :

- La mesure du pH se faisait à l'aide d'un pH mètre à sonde de façon régulière (chaque 2 jours) en effectuant des prélèvements du digesteur.
- Les mesures du TAC et des AGV se faisaient à l'aide d'un dosage acido-basique (voir annexe 1) tous les 2 jours.
- La mesure de la DCO se faisait par oxydation en employant la méthode à flux fermé (voir annexe 1).

3.1 Analyse des solides totaux

Pour la détermination de la concentration des solides totaux et des solides totaux volatils dans des échantillons liquides, une portion de l'échantillon est évaporée à 103-105 °C dans une capsule préalablement pesée. La fraction de solides totaux est obtenue par la différence entre le poids du résidu séché à 103-105 °C et le poids de la capsule vide, ramenée

à la masse de l'échantillon. Par la suite, si l'analyse des solides totaux volatils est demandée, la capsule est chauffée à 550 °C. La quantité de solides totaux volatils est obtenue par la différence entre le poids du résidu calciné à 550 °C et celui séché à 103-105 °C.

3.2 Analyse de la demande chimique en oxygène (DCO)

La matière oxydable contenue dans un échantillon est oxydée par chauffage à reflux en milieu fortement acide avec une quantité connue de bichromate de potassium dans une éprouvette fermée.

La consommation d'oxygène par l'échantillon provoque un changement de couleur dont l'absorbance est proportionnelle à la quantité de bichromate de potassium réduit et se mesure en équivalent d'oxygène.

3.3 Détermination des AGV et TAC

Les acides gras volatils sont des acides gras à courte chaîne (6 carbones maximum) issus de la fermentation microbienne lors de la digestion anaérobie des boues (procédé de stabilisation). Une trop forte concentration en AGV est toxique pour les bactéries et nuit à la bonne exploitation du digesteur d'où l'importance de leur dosage.

La mesure des AGV et du TAC permet de suivre la bonne digestion des composés organiques présents dans les substrats par fermentation bactérienne et libération de méthane.

4. Montage expérimental

Notre partie expérimentale a été réalisée au laboratoire de Bioénergie et Environnement du C.D.E.R de BOUZAREAH.

La conception et l'assemblage du dispositif expérimental de la biométhanisation sont entrepris par l'équipe Biogaz et Biomasse-Energie à la Division Bioénergie et Environnement.

4.1 Première co-digestion (lactosérum-boues de laiterie)

A. Description du dispositif

a. Le digesteur

Le digesteur utilisé pour cette première digestion est une cuve de forme cylindrique en verre avec une capacité de 3l, le digesteur est muni de deux robinets latéraux d'où sont effectués les prélèvements d'échantillons pour les différentes mesures, d'un entonnoir pour l'introduction du substrat et d'une ouverture reliée à un tuyau pour la récupération du biogaz.

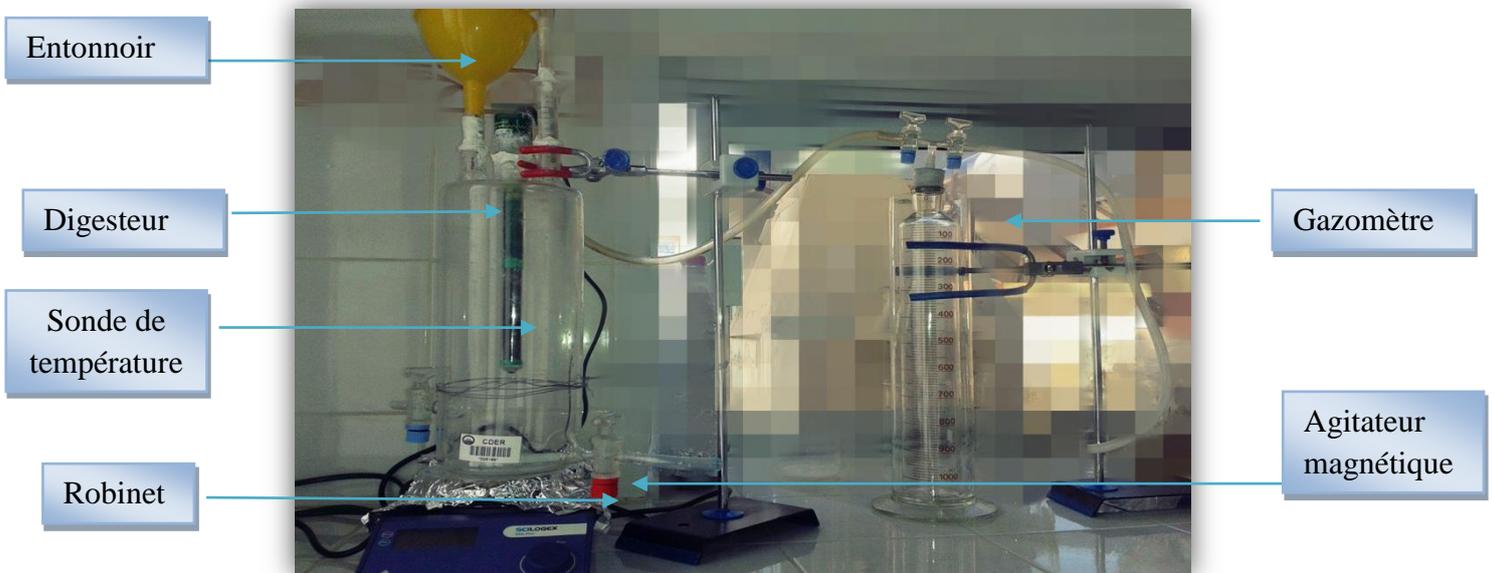


Figure 5: Dispositif expérimental de la 1ère co-digestion

a. Le système de chauffage

Une température mésophile (40°C) est maintenue avec une sonde émergée à l'intérieur du digesteur.

b. L'agitation

Le digesteur est disposé sur un agitateur magnétique, pour assurer une bonne homogénéisation du substrat de la fermentation.

c. Le compteur à gaz

Le digesteur est relié à un gazomètre d'une capacité de 1 L, celui-ci nous permet de quantifier le volume de gaz produit; le biogaz qui sort du digesteur transite dans une colonne graduée (mL) remplie d'eau, la variation du niveau d'eau à l'intérieur de la colonne indique le volume du gaz.

Le gazomètre est relié en aval à une poche de collecte de gaz qui peut stocker jusqu'à 2 litres de biogaz, le volume de biogaz ainsi stocké est ensuite analysé à l'aide d'un analyseur électronique qui affiche le pourcentage en CO₂ et en CH₄ dans le biogaz.

B. Mode de digestion

Les modes de fermentations sont classés suivants certains critères, les plus importants sont :

- La nature du biocatalyseur (la microflore peut être mobile ou immobile),
- La méthode d'approvisionnement en substrat qui peut être continue, ou en discontinue,
- La nature du substrat (homogène ou hétérogène). [70]

Dans notre cas le mode de fermentation est caractérisé par :

- Un substrat (lactosérum+ boues de laiterie) à raison de 50-50%, qui est considéré homogène,
- Un biocatalyseur mobile (micro-organismes),
- Une alimentation discontinue en substrat (selon le système batch) ; le substrat est introduit dans le digesteur avant fermentation et aucun ajout n'est effectué jusqu'à la fin du processus.

Lors de cette fermentation nous avons alimenté le digesteur avec un volume de 2.5l (boues + lactosérum).

4.2 Deuxième co-digestion (lactosérum-bouses)

A. Description du dispositif

a. Le digesteur

Le digesteur utilisé pour cette deuxième co-digestion est une cuve de forme cylindrique en verre avec une capacité de 5 litres, le digesteur est muni d'une seule ouverture verticale, où les prélèvements sont effectués à l'aide d'une seringue raccordée à un tuyau plongeant à l'intérieur du digesteur.



Figure 6 : Dispositif expérimental de la 2^{ème} co-digestion

b. Le système de chauffage

Une température mésophile (40°C) est maintenue avec un bain thermostaté relié au serpentin enveloppant le digesteur.

c. L'agitation

Le digesteur est disposé sur un agitateur magnétique, pour assurer une bonne homogénéisation du substrat de la fermentation.

d. Le compteur à gaz

Le digesteur est relié à un gazomètre similaire à celui décrit précédemment

B. Mode de digestion

Dans ce cas le mode de fermentation est caractérisé par :

- Un substrat (lactosérum+ bouses de vache) à raison de 30-70%, qui est considéré homogène,
- Un biocatalyseur mobile (micro-organismes),
- Une alimentation en batch.

Lors de cette fermentation nous avons alimenté le digesteur avec un volume de 4.5l (bouses + lactosérum).

Chapitre 3

Résultats et discussion

1. Co-digestion du lactosérum et des boues de laiterie

Cette première partie de l'étude expérimentale concerne la co-digestion du lactosérum avec les boues activées issue du clarificateur de la STEP de la Laiterie en raison de 50% chacun, en phase mésophile (à 40°C) et en anaérobiose, dans un digesteur de 3 litres alimenté en batch, pour un temps d'opération de 24 jours.

Afin de mieux contrôler le fonctionnement du digesteur, nous avons suivi quelques paramètres opératoires primordiaux, tels que : le pH, la concentration des acides gras volatils, le titre alcalimétrique complet et la demande chimique en oxygène :

1.1 Contrôle et ajustement du pH

La digestion anaérobie se déroule de façon optimale au voisinage de la neutralité, le pH est donc un paramètre qui renseigne sur la stabilité et le bon fonctionnement du processus. Dans le cas où le pH est au-dessous de 6, l'ajout d'un milieu alcalin comme le bicarbonate de sodium utilisé dans notre cas, corrige cette anomalie, il s'agit d'un ajustement du pH.

Les prises de mesure du pH ont été effectuées durant toute la période de digestion et les résultats de ces mesures sont portés en **Annexe 2**, la **figure 7**, ci-dessous donne la représentation graphique de ces résultats:

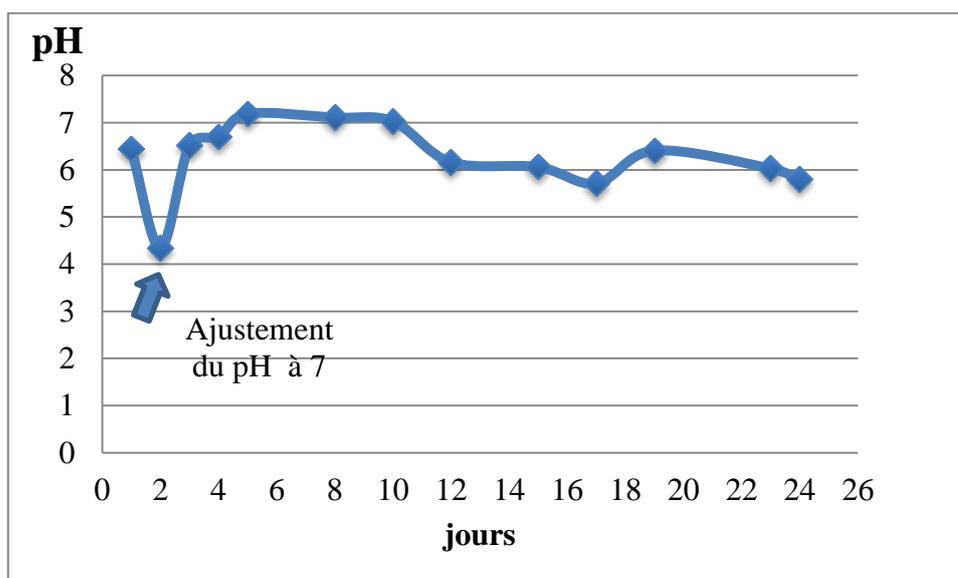


Figure 7: Evolution du pH durant la première co-digestion

Ce tracé met en évidence une baisse rapide de la valeur du pH à 4,34 et ce, dès le deuxième jour, Alors qu'au lancement de la digestion, le pH était à 6,44. Ce qui nous a amené à ajuster le pH avec 220 mL d'une solution de Na_2CO_3 (1M); cette chute du pH pourrait être due à:

- Une forte activité d'hydrolyse et d'acidogénèse entraînant une accumulation d'acides gras volatils (voir **figure 8**).
- Une fermentation lactique du lactosérum ; en effet, la fermentation du lactosérum par les bactéries lactiques entraîne une dégradation du lactose et une production d'acide lactique.

Après ajustement, le pH du milieu est remonté graduellement jusqu'à 7,2 et y est resté stable jusqu'au 12^{ème} jour où nous avons constaté une diminution du pH jusqu'à 5,71 au 17^{ème} jour. Ceci pourrait être dû à une accumulation des AGV et/ou une acidose dans le milieu.

1.2 Suivi des AGV et du TAC

Le tracé de la **figure 8** exprime l'évolution de la concentration des acides gras volatils et de l'alcalinité dans le digesteur durant le processus de fermentation :

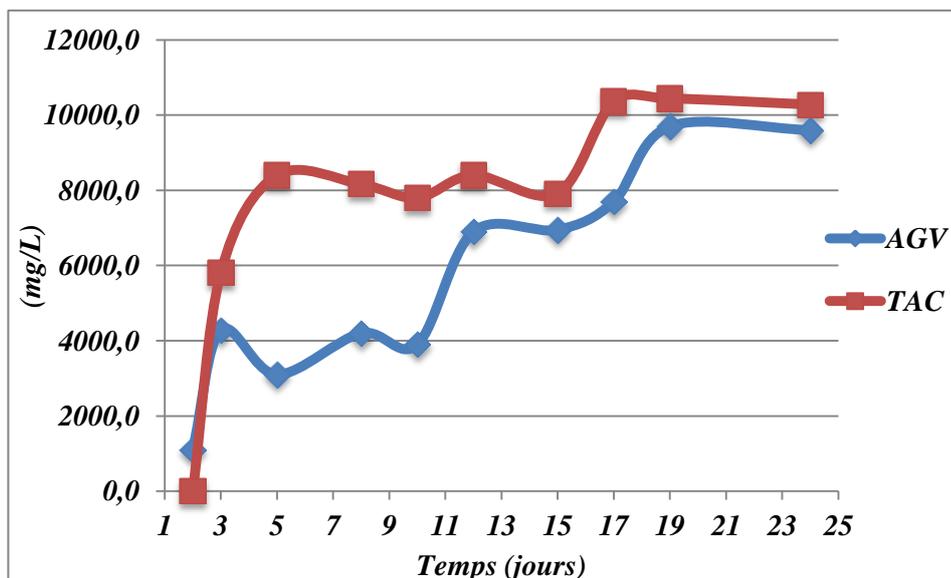


Figure 8 : Evolution des AGV et TAC durant la première co-digestion

La courbe de la concentration des AGV peut être divisée en deux parties : une partie où la production des AGV est modérément fluctuante, à la limite considérée stable entre le 3^{ème} et le 10^{ème} jour où la concentration des AGV a atteint 4280 mg/L. Cette partie pourrait être considérée comme la phase d'acidogénèse du processus de méthanisation.

La deuxième partie commence à partir du 12^{ème} jour où la concentration des AGV a presque doublé et a atteint 9700 mg/L. Cette augmentation de la concentration pourrait exprimer une accumulation des AGV dans le digesteur causait par l'inhibition des bactéries acétogènes.

Concernant l'alcalinité totale du digesteur (TAC), cette dernière était nulle le jour suivant le lancement, correspondant ainsi à la chute du pH dû à l'acidification du milieu (voir **figure 7**).

Après l'ajustement du pH, nous voyons bien que l'alcalinité du milieu a augmenté considérablement, jusqu'à dépasser les 8000 mg de CaCO₃/L, ce qui est prévisible, étant donné que nous avons ajouté 220 mL de Na₂CO₃.

Étant donné que l'alcalinité totale est la somme de toutes les bases titrables, elle varie de façon significative avec le point final du pH utilisé. Les valeurs de pH sans contrôle du pH étaient inférieures à 4,5 ainsi ; l'alcalinité totale était de zéro dans ces conditions. Les valeurs de pH pour les essais avec contrôle du pH étaient plus élevées en raison de l'addition d'hydroxyde de sodium, ce qui a entraîné une alcalinité totale autour des 8000 mg CaCO₃/L. Ces valeurs étaient beaucoup plus élevées que celles rapportées dans la littérature (**Murray, 1970, et Fox et al., 1988**).

L'utilisation d'hydroxyde de sodium pour ajuster le pH peut entraîner des effets toxiques qui inhibent les micro-organismes, si la concentration est supérieure à 8000 mg de CaCO₃ (**McCarty, 1964; et Grady et Lim, 1980**).

1.3 Suivi et abattement de la DCO

D'après la **figure 9**, représentant la variation de la DCO durant la première co-digestion, la concentration de la DCO à l'entrée du digesteur était de 26 788 mg d'O₂/L.

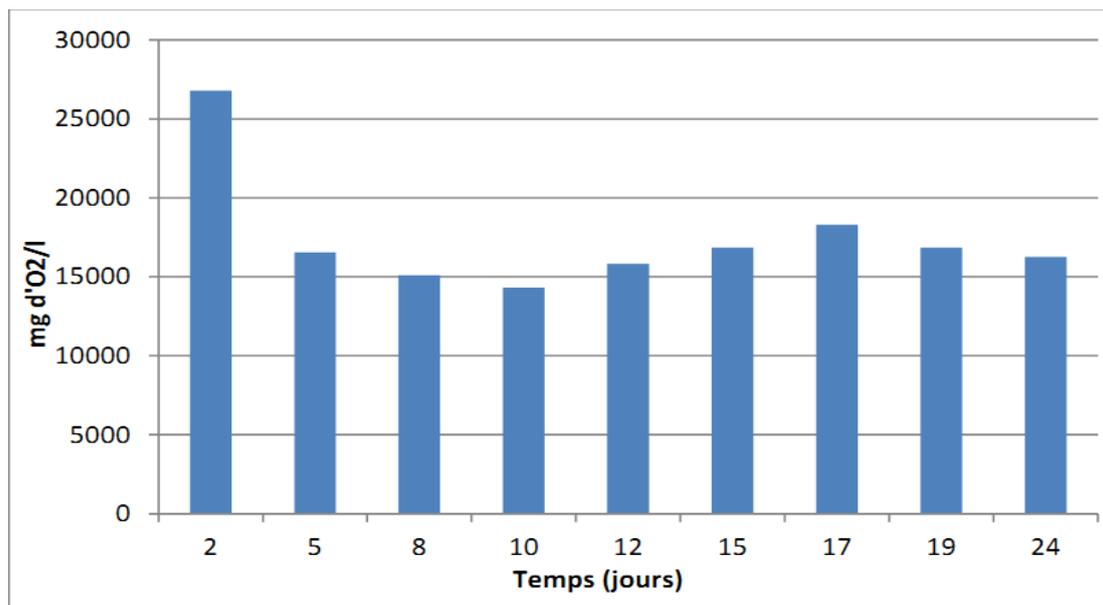


Figure 9 : Variation de la DCO dans la première co-digestion

Nous remarquons une importante diminution de la DCO dès le deuxième jour de digestion, qui par la suite a connu un arrêt, marqué par des fluctuations assez stables autour d'une valeur moyenne de 16 000 mg d'O₂/L ; ces fluctuations pourraient être dues à la production de sous-produits de la méthanisation.

Il est à noter que malgré un abattement de **40%** de la DCO, qui semble être dû à la fermentation du lactosérum, la production de biogaz était nulle.

1.4 Conclusion

Le suivi des paramètres de fonctionnement durant cette première co-digestion, nous a permis de constater un arrêt de dégradation de la matière organique, ainsi qu'une importante accumulation des acides gras volatils dans le milieu, qui dépasse les 3000 mg/L, la valeur préconisée pour une bonne digestion [52], sans quoi le processus sera inhibé et ne permettra, donc, pas aux bactéries de consommer les AGV et de les transformer en biogaz.

Tous ces paramètres confirment un dysfonctionnement de la digestion et l'arrêt du processus de méthanisation à la phase acidogénèse, probablement dû à la présence d'éléments inhibiteurs dans le digesteur, qui pourraient provenir des boues de laiterie chargées en métaux lourds, détergents et désinfectants, très toxiques pour le processus de méthanisation [54], comme ça pourrait être l'excès de carbonates de sodium qui a inhibé le processus.

2. Co-digestion du lactosérum et des bouses de vache sans ajustement du pH

Pour cette partie de l'étude expérimentale, nous nous sommes penchés sur une co-digestion du lactosérum avec les déjections bovines à hauteur de **30%,70%** respectivement, réalisée en phase mésophile et en anaérobiose, dans un digesteur anaérobie de **5 litres** alimenté en batch.

Durant le déroulement du processus, qui a été lancé le **12 avril 2016** et compté **24 jours**, plusieurs paramètres ont été suivis dans le but de surveiller la stabilité du processus et les résultats de ces mesures sont portés en **Annexe 2**.

2. 1. Suivi du pH

Les prises de mesure du pH ont été effectuées durant toute la période de digestion, la **figure 10** ci-dessous donne la représentation graphique de ces résultats:

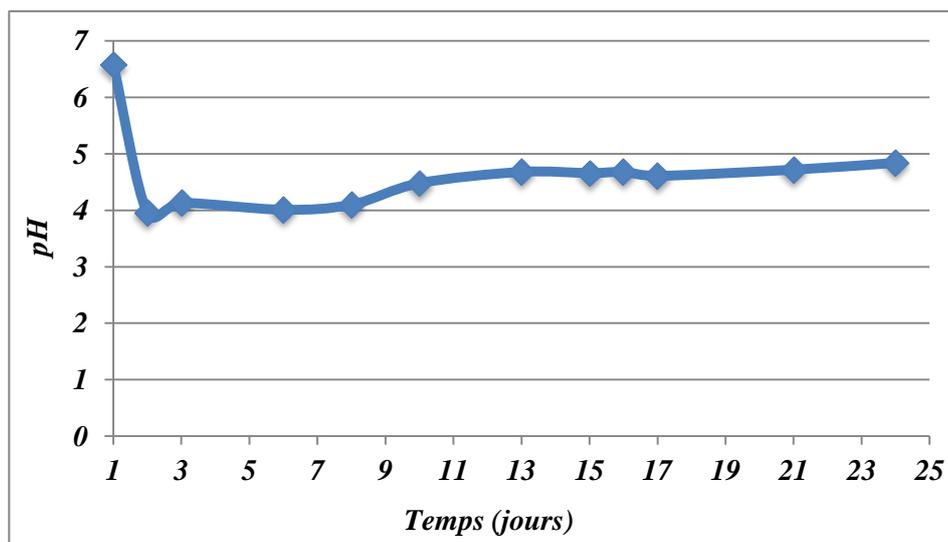


Figure 10 : Evolution du pH durant la deuxième co-digestion

Le pH au lancement de la digestion était à **6,58**, mais nous remarquons qu'il a, tout de suite, chuté à **4** à partir du deuxième jour seulement. Cette chute pourrait s'expliquer par la fermentation lactique du lactosérum, en effet, la fermentation du lactosérum par les bactéries lactiques entraîne une production d'acide lactique et donc une baisse notable du pH.

Nous remarquons, dans les jours qui suivent, qu'après cette chute brutale du pH, ce dernier commençait à augmenter lentement jusqu'à avoisiner un pH de 5 au 24^{ème} jour de digestion.

2. 2. Suivi du potentiel d'oxydo-réduction

La variation du potentiel d'oxydo-réduction en fonction du temps est représentée dans la **figure 11** :

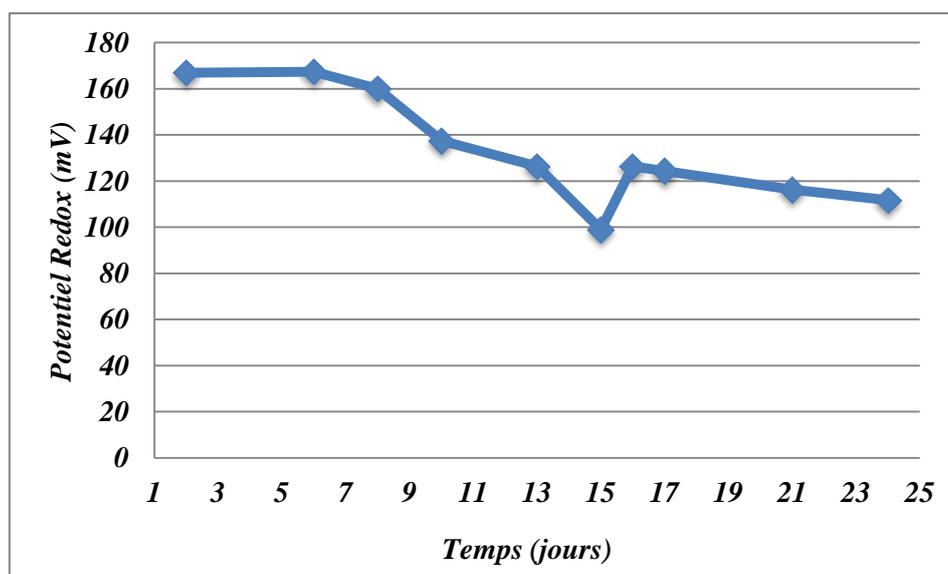


Figure 11 : Variation du potentiel d'oxydo-réduction durant la deuxième co-digestion

Les processus microbiens s'accompagnent toujours de réactions d'oxydo-réduction. C'est de ce type de réaction que les microorganismes tirent l'énergie chimique dont ils ont besoin pour leur maintenance et leur croissance. En culture pure, les bactéries méthanogènes exigent de faibles potentiels redox (-300 à -330 mV). Dans un digesteur en pleine activité, on mesure des potentiels redox nettement plus élevés (-50 mV à 0 mV). Il importe, pour favoriser l'activité des bactéries méthanogènes, d'assurer un potentiel redox favorable en tout point du digesteur ; pour ce faire, on limite au minimum l'apport de substances oxydantes tels les nitrates, les nitrites et évidemment l'oxygène. (**Digestion des déchets et effluents industriels et ménagers, 1993, PACER**)[71]

Dans notre cas, nous mesurons des potentiels redox nettement plus (entre 100 et 160 mV), cela peut être dû à la présence de nitrate dans les bouses de vache.

2. 3. Suivi de l'alcalinité

L'alcalinité est un autre paramètre de contrôle de la stabilité de la digestion anaérobie qui mesure le pouvoir tampon dans le digesteur et sa capacité à maintenir un pH stable; une diminution importante du titre alcalimétrique complet exprime une production conséquente d'acide soulignant ainsi un déséquilibre entre la phase acidogène et la phase méthanogène.

Pour assurer un fonctionnement optimal de la digestion, il est recommandé que l'alcalinité soit comprise entre 1000 et 3000 mg/L de CaCO_3 [23] ; sous ce niveau, une action corrective doit être engagée.

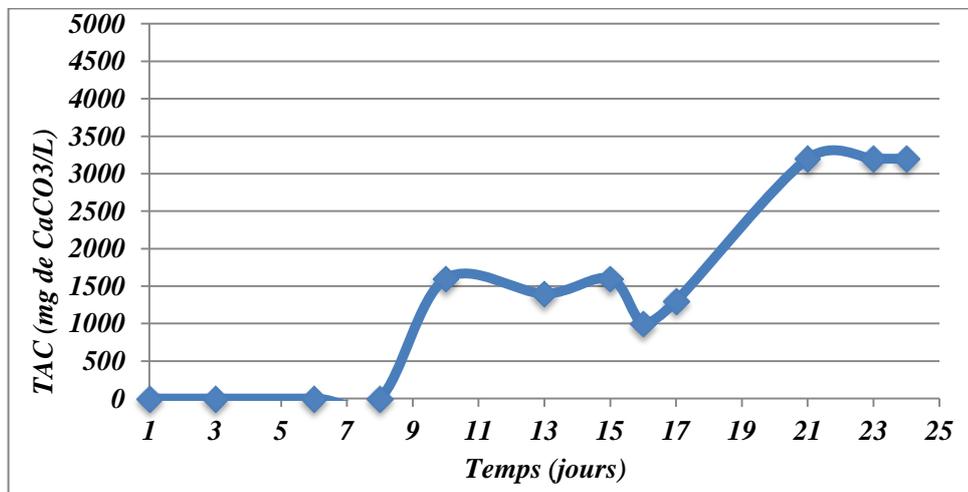


Figure 12 : Evolution du TAC durant la deuxième co-digestion

D'après la **figure 12**, qui représente l'évolution de l'alcalinité dans le digesteur en fonction du temps, le titre alcalimétrique complet était nul pendant les premiers jours de digestion, ce qui concorde très bien avec les faibles valeurs du pH.

Avec l'accroissement du pH, nous voyons bien que l'alcalinité augmentait dans le digesteur et variait entre 1000 et 3200 mg de CaCO_3/L .

2. 4. Suivi de la concentration des AGV

La variation de la concentration des acides gras volatils dans le digesteur influe directement sur le rendement de la digestion ainsi que sur la qualité et le volume du biogaz produit. En effet, un déséquilibre entre les phases acidogène et méthanogène résulte en une accumulation d'acides. La variation de la concentration des AGV dans le milieu affecte directement l'alcalinité et le pH du milieu.

La **figure 13** montre l'évolution de la concentration des AGV en fonction du temps de digestion :

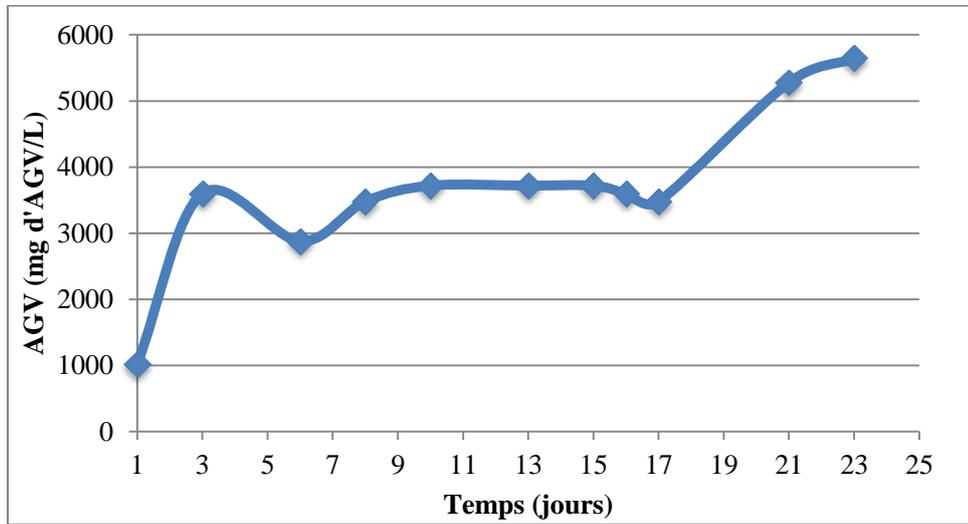


Figure 13 : Evolution des AGV en fonction du temps

A travers la courbe de la **figure 14**, nous remarquons qu'au cours de la digestion, il y a une forte production des AGV et cela dès le 2^{ème} jour, par la suite, on observe une accumulation des AGV traduite par la présence d'un palier entre le 8^{ème} et le 17^{ème} jour de digestion.

Cette accumulation des AGV, pourrait indiquer l'inhibition des bactéries acétogènes, vu que le pH du milieu était en dessous de la valeur préconisée pour la survie de ces bactéries [54].

La **figure 14** suivante illustre la relation qui pourrait exister entre le pH et la concentration des AGV dans le milieu au cours de la digestion anaérobie, où nous pouvons noter une allure inversée dans un cas par rapport à l'autre.

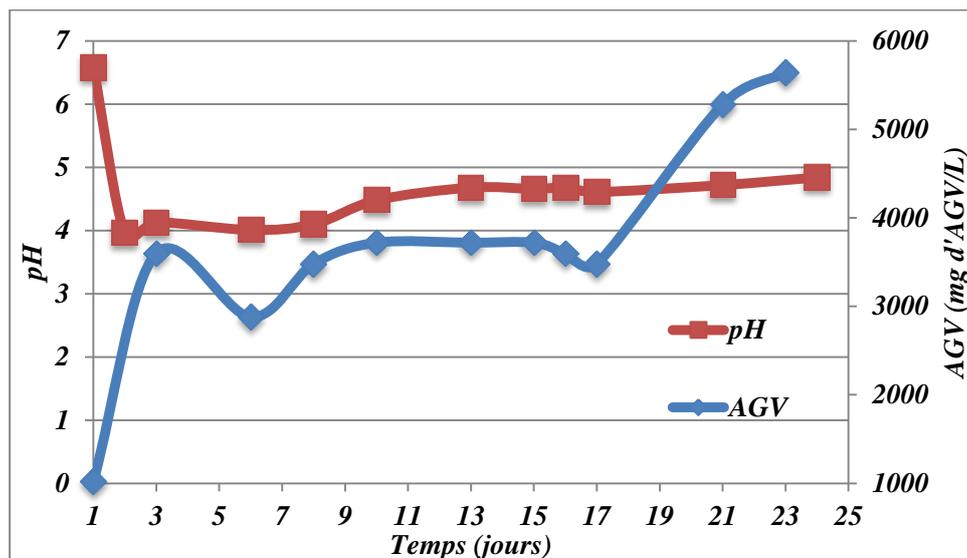


Figure 14 : Comparaison entre les AGV et le pH durant la seconde co-digestion

Durant les premiers jours, nous remarquons que l'augmentation des acides gras volatils correspond à une forte diminution du pH : il s'agit de la phase hydrolyse-acidogénèse. Celle-ci est suivie d'une augmentation du pH et d'une légère diminution des AGV. Cette diminution pourrait être due à leur consommation par les bactéries acétogènes.

A partir du dix-septième jour de la digestion, nous remarquons une forte augmentation des AGV dans le milieu pour la seconde fois, ce qui indique un dysfonctionnement de la digestion que nous pouvons confirmer par l'arrêt de la production de biogaz.

2. 5. Suivi et abattement de la DCO

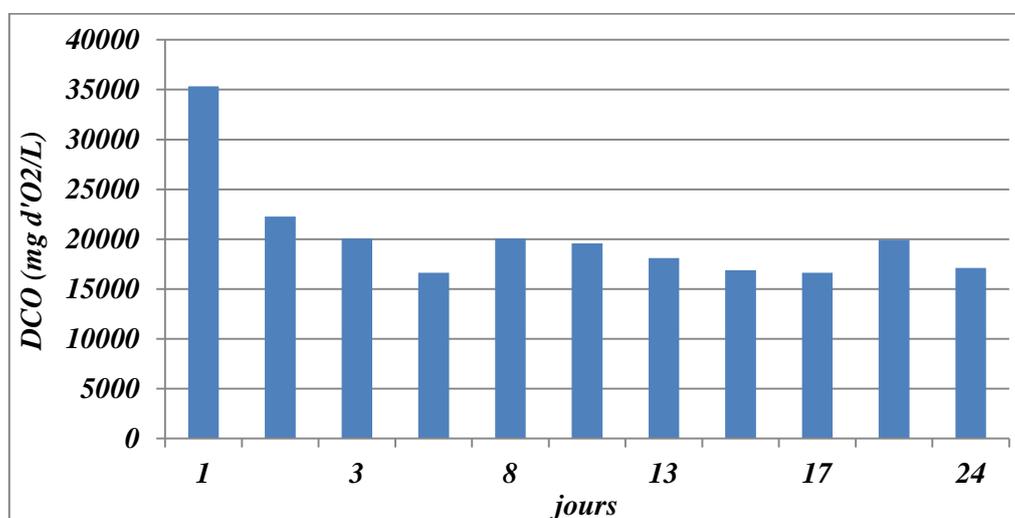


Figure 15 Evolution de la DCO durant la deuxième co-digestion

D'après la **figure 15**, représentant la variation de la DCO en fonction du temps de digestion, la concentration de la DCO à l'entrée du digesteur était de 35 319 mg d'O₂/L.

Nous remarquons une diminution considérable de la DCO dès le deuxième jour de digestion où elle a atteint une valeur de 22 000 mg d'O₂/L, puis, une stabilisation autour d'une valeur moyenne de 17 000 mg d'O₂/L.

A la fin de cette expérience, nous notons un abattement de la DCO de l'ordre de 50%, ce qui montre une diminution considérable de la matière organique présente au lancement de la digestion.

2. 6. Variation du volume et composition de biogaz

La quantité de biogaz produite au cours de cette expérimentation était de 5700 mL, les deux courbes suivantes représentent, la production journalière de biogaz, **figure 16**, et la cinétique de production cumulée, **figure 17** :

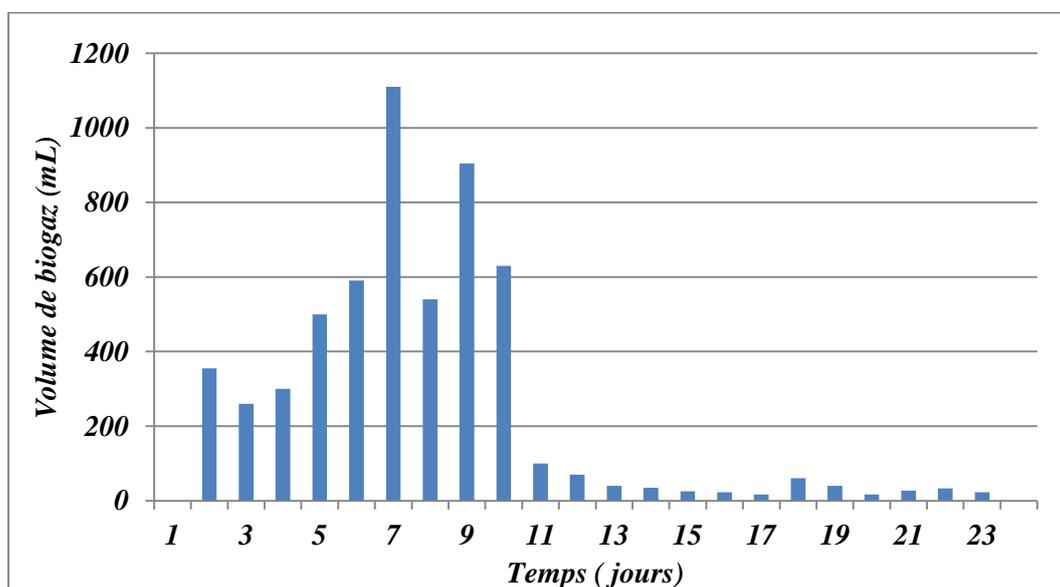


Figure 16 Production journalière de biogaz durant la seconde co-digestion

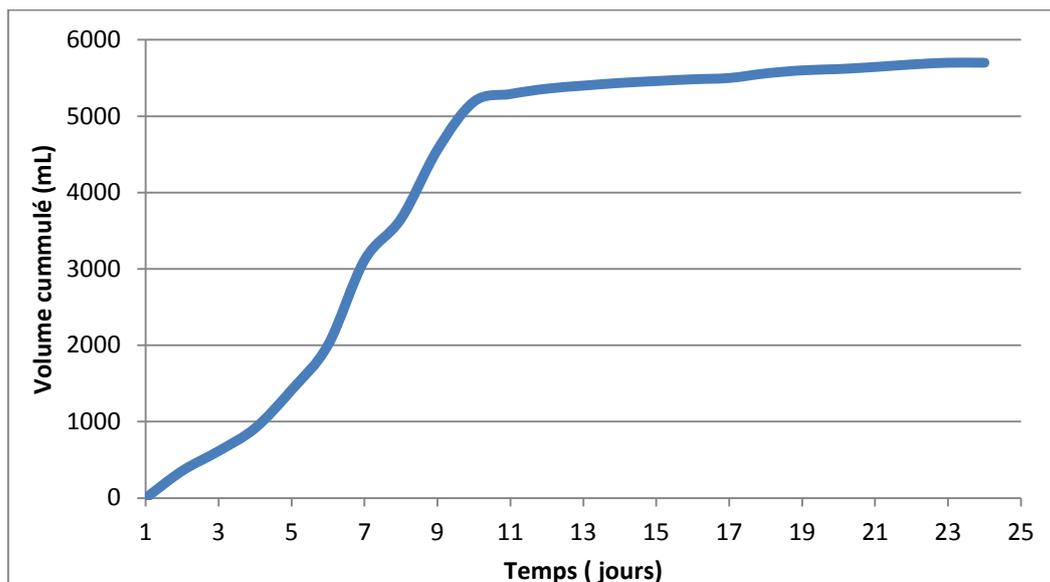


Figure 17 : Production cumulée de biogaz durant la seconde co-digestion

D'après la **figure 16**, nous constatons une production croissante de biogaz du premier au dixième jour de digestion, avec des pics de production au septième et neuvième jour, produisant ainsi plus de **5** litres de biogaz, ce qui coïncide parfaitement avec la diminution des AGV dans les mêmes jours.

Cependant, l'analyse du gaz obtenue ne donnait que de faibles proportions de méthane:

Tableau 11: Composition de biogaz durant la seconde co-digestion

Jour de l'analyse	Volume du biogaz analysé (mL)	% de CH ₄	% de CO ₂
6 ^{ème}	1600	7,9	34
8 ^{ème}	1860	2,1	78
10 ^{ème}	1550	4,6	72
24 ^{ème}	500	5	60

Après le 10^{ème} jour de fermentation, nous apercevons que la production journalière de biogaz a baissé à quelques dizaines de millilitres et y restée ainsi produisant moins de **500** mL en quatorze jours avec une composition de **5%** en méthane

Malgré les 5,7 litres de biogaz recueillis, ce dernier est très pauvre en proportion en méthane, à peine 5% du volume totale recueilli ; ces faibles proportions obtenues reflèteraient un dysfonctionnement de la phase méthanogénèse : la flore microbienne, qui transforme les produits de l'acétogénèse en méthane, pourrait être inhibée par l'acidité du milieu, quant à

l'arrêt de production de biogaz, elle pourrait s'expliquer par l'inhibition des bactéries acétogènes.

3. Co-digestion du lactosérum et des bouses de vache avec ajustement du pH :

Pour cette dernière partie de l'étude, nous avons réalisé une co-digestion du lactosérum et des bouses de vache avec des caractéristiques de substrats et des conditions opératoires similaires à la deuxième co-digestion, en effectuant, cette fois-ci, des ajustements de pH.

La digestion a été lancée le **09 mai 2016** et suivie pendant une période de **24** jours, les résultats des mesures des paramètres de fonctionnement ainsi que ceux des gaz produits sont portés dans l'**annexe 2**.

3.1 Contrôle et ajustement du pH

La mesure du pH, nous renseigne sur la stabilité et le bon fonctionnement de la digestion. Si celui-ci est au-dessous de 6, l'ajout du bicarbonate de sodium permet de corriger cette anomalie.

La **figure 18**, ci-après, illustre l'évolution du pH durant la troisième co-digestion avec les différents ajustements apportés.

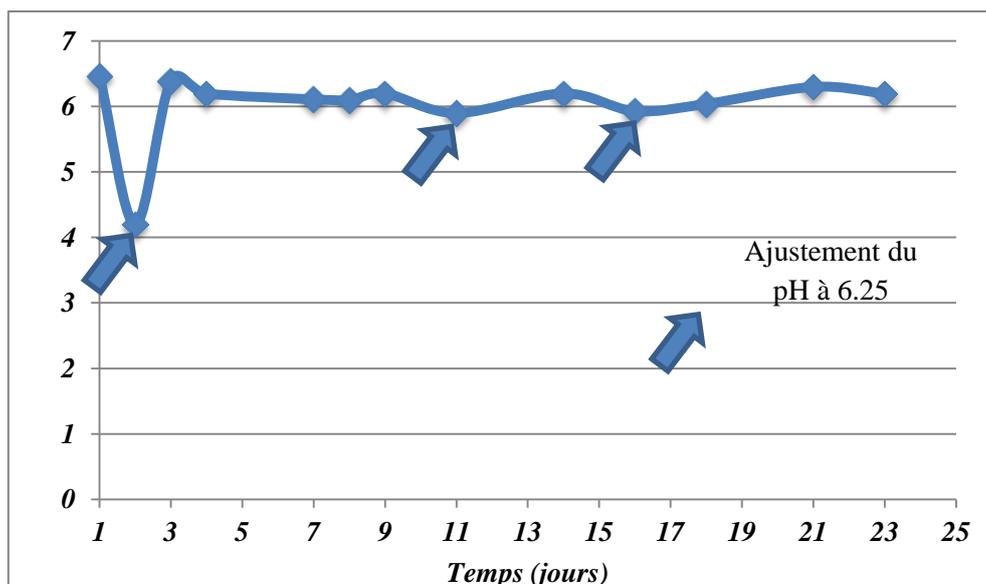


Figure 18 : Evolution du pH durant la troisième co-digestion

Au lancement du digesteur, le pH était à **6,5**, et comme dans la précédente digestion, il a connu une diminution à **4,2** à partir du deuxième jour. Or, cette fois ci, un ajustement du pH a été fait avec l'ajout de 180 mL de carbonate de sodium, ce qui a fait augmenter le pH à **6,4**.

Cependant, le pH a régressé graduellement au cours du temps et ce, en lien direct avec la formation d'acides organiques et d'acides gras volatils au cours de la phase d'acidogénèse.

De ce fait un autre ajustement a été réalisé lors du 11^{ème} et du 16^{ème} jour de digestion, quand le pH a atteint **5,9** et **5,93** respectivement. Avec l'ajout de **25** mL de carbonate de sodium.

Après cela, nous avons remarqué un auto-ajustement du pH, cela pourrait être dû à la consommation des acides formés par les bactéries acétogènes ; cette phase correspond à l'alcalinisation et la stabilisation du pH, ces mêmes constatations ont été rapportées dans de nombreux travaux (DJAAFRI M et al, 2009) (KALLOUM S et al, 2007).

3. 2 Suivi du potentiel d'oxydo-réduction :

La variation du potentiel d'oxydo-réduction en fonction du temps est représentée dans la **figure 19**:

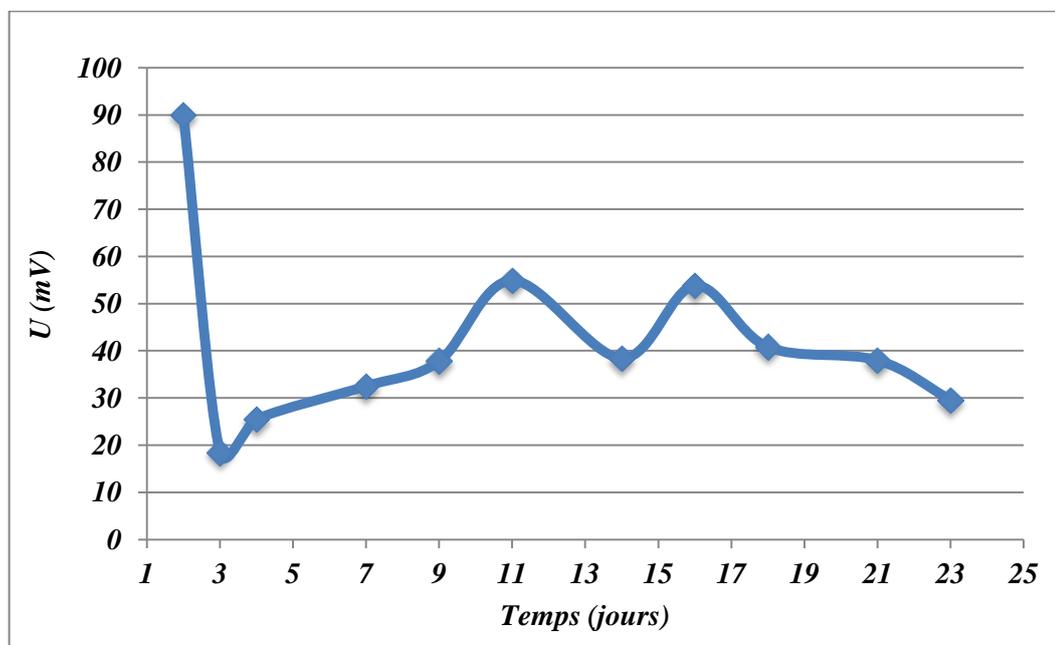


Figure 19 : Evolution du potentiel redox durant la troisième co-digestion

Alors que nous mesurons toujours des potentiels redox élevés, de **18 mV** à **50 mV**, ces derniers sont, relativement, basses par rapport à la même digestion effectuée sans ajustement de pH.

D'autre part, nous constatons, que chaque diminution du pH correspondait à une augmentation de la valeur du potentiel redox, notamment au 2^{ème} jour où le potentiel était de **90 mV**, d'ailleurs, nous voyons bien qu'après ajustement du pH, le 2^{ème}, 11^{ème} et le 16^{ème} jour de digestion, le potentiel se redressait.

3.3 Suivi de l'alcalinité

La **figure 20** représente le suivi de l'alcalinité en comparaison avec celui du pH du milieu durant la 3^{ème} co-digestion :

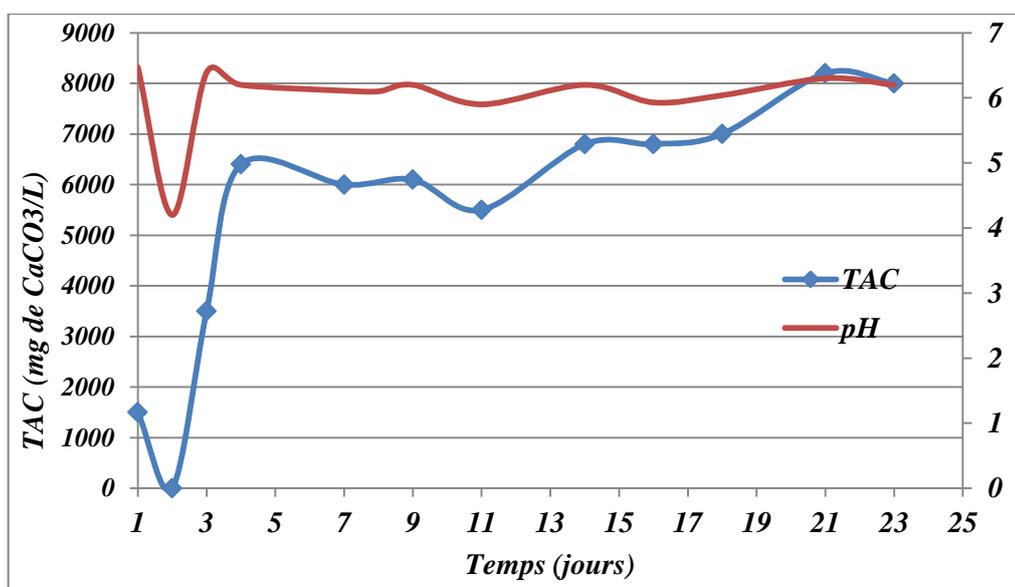


Figure 20 Evolution du TAC durant la troisième co-digestion

D'après la **figure 20**, nous remarquons une analogie entre les deux courbes, en effet, le titre alcalimétrique complet était à **1500 mg** de CaCO₃/L au lancement du digesteur, et après ajustement du pH, nous percevons un saut de la valeur de l'alcalinité à **6000 mg** de CaCO₃/L, étant donné que nous avons ajouté près de **180 mL** de Na₂CO₃ /L le deuxième jour de digestion.

Ces valeurs sont relativement élevées par rapport à la précédente digestion, mais aussi, au-dessus du niveau recommandé pour un bon fonctionnement de la digestion, qui est de **3000** mg de CaCO_3/L [23], cependant, l'alcalinité peut être perturbée par les ajouts de carbonate de sodium lors des ajustements, ce qui explique les grandes valeurs du TAC.

3. 4 Suivi de la concentration des AGV

La **figure 21** montre l'évolution de la concentration des AGV en fonction du temps de digestion :

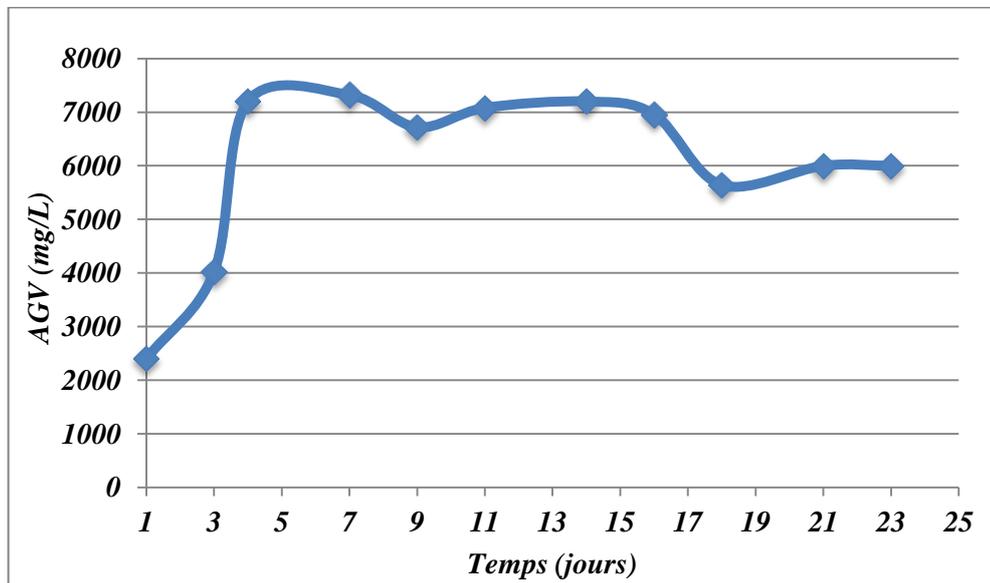


Figure 21 : Evolution des AGV durant la troisième co-digestion

La courbe d'évolution des AGV peut être partagée en trois principales phases :

- Phase 1: elle est observée dès le lancement de la digestion jusqu'au quatrième jour, durant laquelle, il y a eu une forte production d'AGV correspondant, vraisemblablement, à la phase hydrolyse-acidogénèse.
- Phase 2 : cette phase commence le 5^{ème} jour de digestion et se poursuit jusqu'au 10^{ème} jour, où une diminution de la concentration des AGV a été constatée, cela pourrait être dû à la consommation des acides par les bactéries acétogènes; c'est la phase acétogénèse.

- Phase 3 : cette phase est marquée par une stabilisation de la concentration des AGV jusqu'au 16^{ème} jour, interprétée par la production de méthane (voir **figure 24**).

Par la suite, nous remarquons une diminution de la concentration des AGV qui coïncide avec l'ajustement du pH au 16^{ème} jour qui aurait permis aux bactéries acétogènes de se développer.

3.5 Suivi et abattement de la DCO

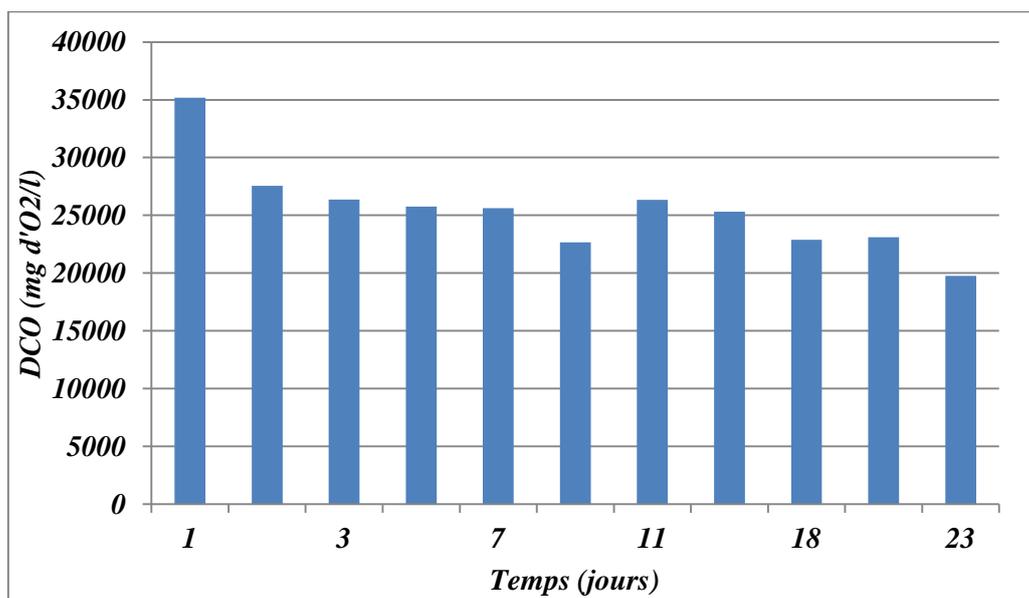


Figure 22 : Evolution de la DCO durant la troisième co-digestion

La concentration de la DCO à l'entrée du digesteur était de **35 182** mg d'O₂/L, tout comme la précédente digestion.

D'après l'allure de la courbe, **figure 22**, représentant la variation de la DCO en fonction du temps de digestion, nous remarquons une diminution considérable de la DCO dès le deuxième jour de digestion, ceci est, éventuellement, dû à la fermentation rapide du lactosérum et la dégradation de la matière organique.

Après le troisième jour de digestion, nous percevons un ralentissement dans la dégradation de la substance organique correspondant ainsi au commencement de la production de méthane (voir **figure 24**)

A la fin de cette expérience, nous notons un abattement de la DCO de l'ordre de **44 %**,

3. 6 Suivi du volume et composition du biogaz

La quantité de biogaz produite au cours de cette expérimentation était de **11 350 mL**, les deux courbes suivantes, représentent la production journalière de biogaz, **figure 23**, et la cinétique de production cumulée, **figure 24** :

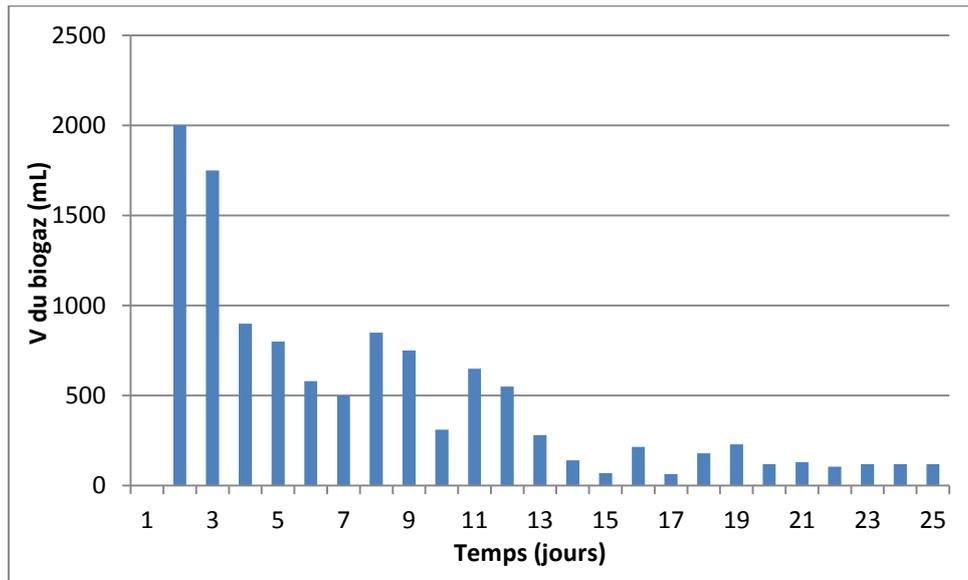


Figure 23 : Production journalière de biogaz durant la troisième co-digestion

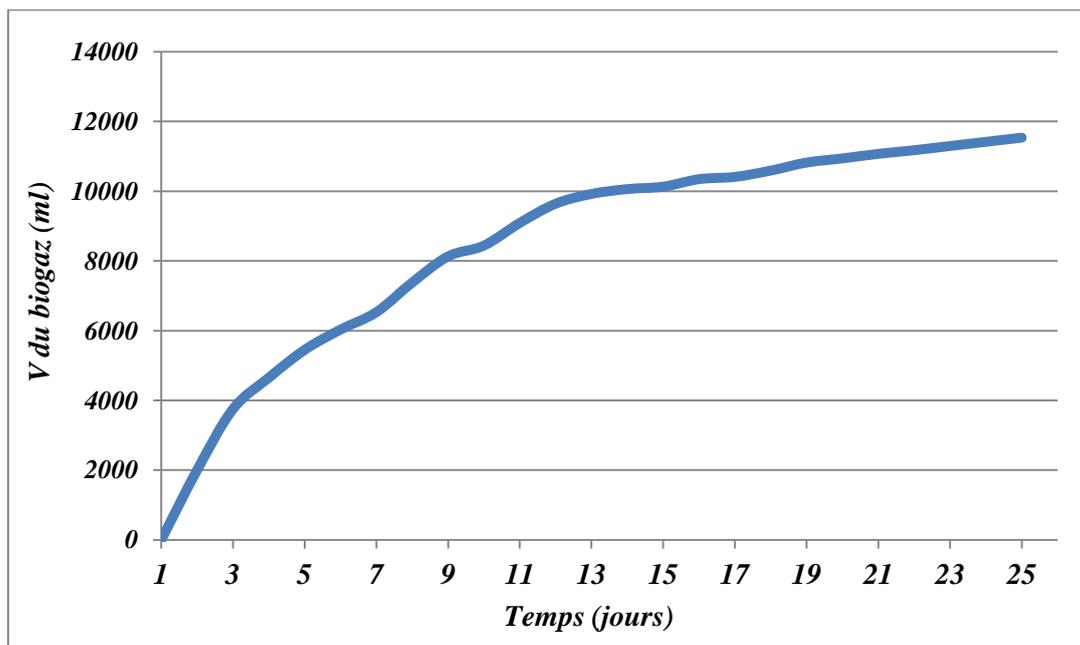


Figure 24 : Production cumulée de biogaz durant la troisième co-digestion

Comme pour la précédente digestion, la production de biogaz, dans les trois premiers jours, est très importante, nous avons noté près de 4 litres de biogaz, ceci est dû à la pré-fermentation spontanée des bouses de vache avant leur introduction dans le digesteur. L'analyse du biogaz, produit pendant ces deux premiers jours, a donné des compositions en méthane et dioxyde de carbone relativement basses (**voir tableau 12**).

Dans les jours qui suivent, nous remarquons une production, plus ou moins, constante (**voir figure 17**), jusqu'au 13^{ème} jour de digestion, où nous avons noté des pics de production de biogaz au 8^{ème} et 11^{ème} jour.

Après cela, une diminution considérable a été observée car la production journalière de biogaz n'était que de 200 mL, produisant moins de 2 litres en 10 jours.

Notons que la composition du biogaz (proportions en CH₄ et en CO₂) a été analysée sur des sorties cumulées de biogaz, dans un sac de récupération de biogaz d'une capacité maximale de 2L, les résultats de ces analyses sont portés dans le **tableau 12**, ci-dessous :

Tableau 12: Composition du biogaz produit lors de la troisième co-digestion

Jour de l'analyse	Volume du biogaz Analysé (mL)	Composition en CH ₄ (%)	Composition en CO ₂ (%)
2 ^{ème}	2000	3,3	80,0
3 ^{ème}	1750	11,1	75,0
7 ^{ème}	2000	29,7	63,0
9 ^{ème}	1430	48,0	47,0
11 ^{ème}	1060	53,9	37,0
14 ^{ème}	1480	51,3	20,0
24 ^{ème}	1475	45,0	28,0

Nous notons un pic de production de méthane dans le sac analysé le 11^{ème} jour, en effet, la composition en CH₄ était près de 54%, et une composition en CO₂ de 37%, les 9% restants constituent d'autres gaz qui ne sont pas identifiables par l'appareil.

Après cela, nous remarquons une baisse de la qualité de biogaz accumulé qui pourrait être expliquée par un début d'épuisement des biomasses dans le digesteur.



**Conclusion et
Perspectives**

Les résultats préliminaires relevés lors de cette étude, relative à la co-méthanisation appliquée à trois types différents de biomasse : boues de laiterie, lactosérum et bouses de vache, au niveau de trois digesteurs de laboratoire, alimentés en batch, dévoilent que la performance d'un digesteur du point de vue production gazeuse dépend principalement de la nature des matières à fermenter et de l'ajustement pH.

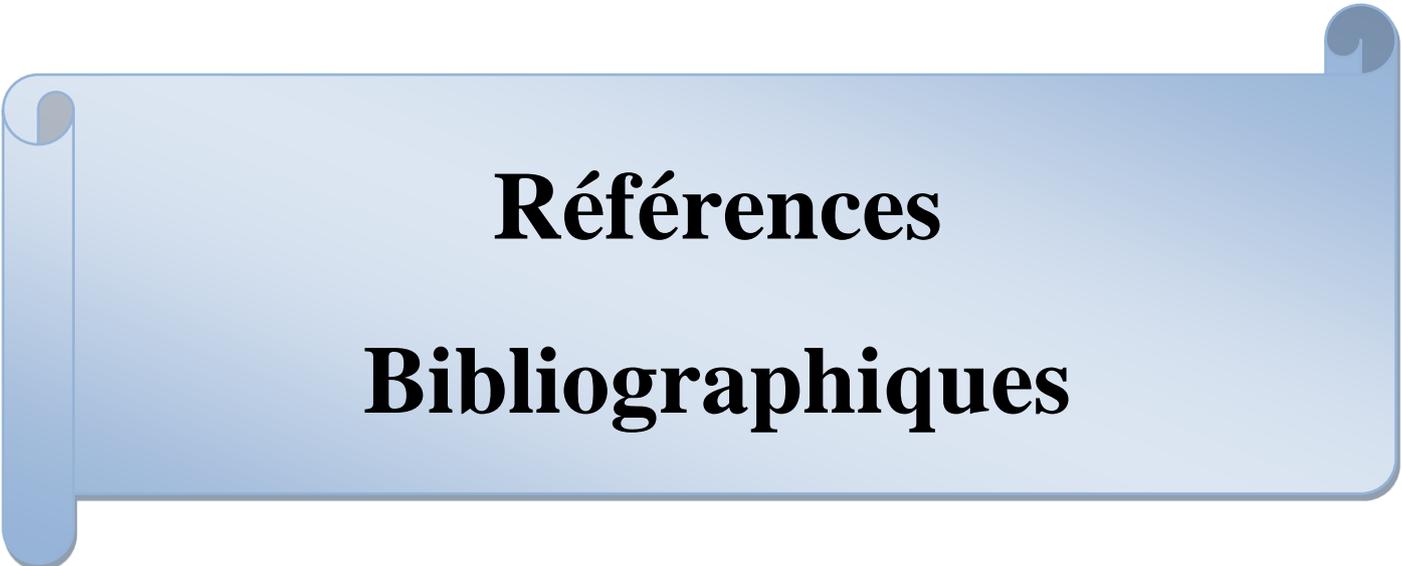
En effet lors de la première co-digestion des boues avec le lactosérum, la production de biogaz était nulle en raison de la composition des boues qui pouvaient contenir des éléments toxiques pour le processus. D'autre part la présence naturelle des bactéries méthanogènes dans les bouses de vache a fait que la deuxième co-digestion, a donné une quantité de biogaz, malgré l'inhibition du processus par acidification du milieu, qui a fait régresser la quantité et la qualité du biogaz.

Par ailleurs l'ajustement du pH lors de la 3^{ème} co-digestion a nettement amélioré le rendement en biogaz, celui-ci comparé à la 2^{ème} co-digestion était 2 fois plus grand. En effet l'ajustement du pH a fait améliorer les conditions de survie des bactéries dans le milieu ce qui a permis de ressortir des quantités importantes de méthane en un temps de séjour relativement court (11^{ème} jour).

D'après ces constatations, nous pouvant dire que la digestion anaérobie est un processus très complexe, qui fait intervenir un très grand nombre de bactéries et de réactions biologiques. De plus il est impossible de généraliser toutes les approches car chaque digesteur est unique compte tenu du processus mis en jeu, des substrats utilisés, des populations bactériennes en présence...

Le principal conseil que l'on peut apporter est d'avoir une bonne connaissance de tous les substrats que l'on introduit dans le digesteur (attention aux substrats ne provenant pas de l'exploitation) pour éviter toute contamination facilement évitable (métaux lourds, médicaments, désinfectants antibiotiques...). Ensuite il est également conseillé de réaliser un suivi de certains paramètres biologiques afin de prévenir les intoxications possibles et donc la perte de productivité de l'unité de méthanisation.

Ce travail expérimental devrait être poursuivi afin d'établir notamment une comparaison entre les modes de digestion en discontinu et en continu. Ce dernier est actuellement le plus répandu à l'échelle réelle, notant qu'une première estimation pourrait être faite sur le mode d'alimentation, et cela en admettant un temps de séjour de 11 jours, où la production de méthane maximale a été observée lors de la 3^{ème} co-digestion.



Références
Bibliographiques

- [1] **Guimaraes PM, et al., 2010.** Fermentation of lactose to bio-ethanol by yeasts as part of integrated solutions for the valorisation of cheese whey. *Journal of Biotechnology Advances*, sur l'Inge le 4 février 2010. p,375-382.
- [2] **Ghaly AE, Mahmoud NS., 2007.** Rushton DG, Arab F. Potential environmental and health impacts of high land application of cheese whey ,[en ligne], 2007. *Am J Agric Biol Sci* 2:106-117, disponible sur : <<http://docsdrive.com/pdfs/sciencepublications/ajabssp/2007/106-117.pdf>>
- [3] Article L211-2 du code de l'énergie,[en ligne], disponible sur : <<https://www.legifrance.gouv.fr/affichCodeArticle.do?cidTexte=LEGITEXT000023983208&idArticle=LEGIARTI000023986186>>
- [4] Impacts de l'élevage sur l'environnement : Article publié dans *Agriculture et développement durable*, consulté [25/4/2016]. Disponible sur <<http://www.vedura.fr/economie/agriculture/impact-elevage-bovins-environnement>>
- [5] Analyses SATEGE, effluents d'élevage, Chambres d'agriculture du Nord - Pas-de-Calais et de la Somme. 2010. Disponible sur : <<http://www.hautsdefrance.chambres-agriculture.fr/accueil/>>
- [6] **Martinez J., Le Bozec. G, 2000.** Déjections porcines et problèmes environnementaux en Europe [en ligne]. *Cahiers Agricultures*, 9, 181-190. Disponible sur :<<http://cemadoc.irstea.fr/oa/PUB00008732-dejections-porcines-problemes-environnementaux-eur.html>>
- [7] **Coppenet M., Golven J., Simon J.C., Lecorre L., Leroy M., 1993.** Chemical Evolution of Soils in Intensive Animal-Rearing Farms - the Example of Finistere, *Agronomie*13:77-83
- [8] **Pascal Peu., 2011.** La gestion des effluents d'élevage et la production d'hydrogène sulfuré, cas particulier de la méthanisation. *Chemical Sciences*. Université Rennes 1. French. Disponiblesur :<https://ecm.univ-rennes1.fr/nuxeo/site/esupversions/24c600eb-5103_4980-9353-36fcb3944dc1>

[9] **BOUDET G., RIVIÈRE R.**, Emploi pratique des analyses fourragères, Institut d'élevage et de médecine vétérinaire des pays tropicaux Maisons-Aifort-94, [en ligne], 1968, 21,2 (227-266). Disponible sur <http://horizon.documentation.ird.fr/exl-doc/pleins_textes/pleins_textes_5/b_fdi_10-11/12758.pdf>

[10] **HUGHES.R., D. HUGHES, P. FERRAR, A. MACQUEEN, P. DURIE, G. T. MCKINNEY AND F. H. W.** Morley Introduced dungbeetles and australian pasture ecosystems, 1975.R. D. Journal of Applied Ecology, Dec., 1975Vol. 12, No. 3 [consulté 4/2016], pp. 819-837.

[11] **LUMARET.J.P, BERTRAND.M, KADIRI.N, BLANC.P**, Utilisation des déjections animales par la faune édaphique en région méditerranéenne, 1989.

[12] **STEVENSON.BUCE.G and DINDAL.DANIEL.L**, Functional ecology of coprophagousinsects : areviw, Pedobiologia, 30, 285-298, 1987.

[13] **BOUKLI HACENE Samira**. Bioécologie des Coléoptères (Arthropode Insectes) du marais salé de l'embouchure de la Tafna (Tlemcen). UNIVERSITE DE TLEMCEN. 2012, p-159.

[14] **DESIERE.M**, Ecologie des coléoptères coprophiles en prairie permanente pâturée, bulletin écologique, [en ligne] 1983. Disponible sur <<http://popups.ulg.ac.be/0037-9565/index.php?id=2449>>

[15] **Jouany J.P.**, Les fermentations dans le rumen et leur optimisation. INRA Prod. Anim., [en ligne], 1994, 7 (3), 207-225, Disponible sur <<https://www6.inra.fr/productions-animales/1994-Volume-7/Numero-3-1994/Les-fermentations-dans-le-rumen-et-leur-optimisation>>

[16] **TORRIJOS, M., VUITTON, V., MOLETTA, R.** The SBR process: an efficient and economic solution for the treatment of wastewater at small cheesemaking dairies in the Jura mountains. Water science and technology (2001), 43 (3):373-380. Disponible sur <<http://wst.iwaponline.com/content/43/3/373>>

[17] **Bordenave-Juchereau S, Almeida B, Piot JM & Sannier.F**, Effect of protein concentration, pH, lactose content and pasteurization on thermal gelation of acid caprine whey protein concentrates. The Journal of Dairy Research [en ligne] le 14 janvier 2015, vol 72, N°1.P34-38. Disponible sur :

<<http://journals.cambridge.org/action/displayAbstract?fromPage=online&aid=275946&fileId=S0022029904000482>>

[18] **Varnam AH & Sutherland JP**, Dairy protein products. Milk and Milk Products, p 159-182. Springer1994.

[19] **LINDEN G et LORIENT D**. Biochimie agro industrielle; valorisation alimentaire de la Production agricole. Edition Masson Paris Milan Barcelone. 1994.

[20] **De François-Marie LUQUET** : Laits et produits laitiers. Volume 2 Transformation et technologies (2° Ed.) [en ligne]. 1990, Publié par TECHNIQUE & DOCUMENTATION. Disponible sur <<http://www.youscribe.com/catalogue/livres/savoirs/laits-et-produits-laitiers-volume-2-transformation-et-technologies-2393456>>

[21] **MORR C.V. and HA E.Y. W**. Whey protein concentrates and isolates: processing and Functional properties. Critical reviews in food science and nutrition, 33 (6) (1993), pp 124-132.

[22] **VIOLLEAU V**. valorisation du lactosérum par électrodialyse. 130p. Thèse de doctorat. Montpellier, 1999. Disponible sur <<http://ethesis.inptoulouse.fr/archive/00000013/01/violleau.pdf>>

[23] **R. MOLETTA**. Technologies du traitement des effluents par Méthanisation, Gestion des problèmes environnementaux dans les industries agro-alimentaires, collection Tec Doc Lavoisier. 2002.

[24] Veolia Water Solutions & Technologies pour l'Industrie, revisite son bioréacteur à membranes, BIOSEPTM Pack, pour répondre aux nouveaux besoins de ses clients municipaux et industriels. STI 2012, Disponible sur : <<http://www.veoliawatersti.fr/profil/Presse/2012-11-06,biosepack-3.htm>>

[25] **CHERYAN M**. Ultrafiltration and Microfiltration Handbook, United States: Technomic Publishing Company. 1998, pp. 71-112. Lancaster.

[26] **LAPLANCHE J. ; DUCOGNOV. TREVISAN D**. Traitement du lactosérum par filtration sur compost ensemencé de vers, épuration of lactosérum in a compost dilter with Worms, syndicat des apagistes, fruits communs et vendeur direct de Savoie, Maison De

l'agriculture – 73/90 SAUT BALDOPH. [en ligne]. 2006, disponible sur : http://91.121.55.183/pepra/mydms/pep_bovins_lait/file_4e60f1b826429.pdf

[27] **JEAN-LUC AUDIC, BERNARD CHAUFER, GEORGES DAUFIN.** Non-food applications of milk components and dairy co-products: A review. *Le Lait*, INRA Editions, 2003, 83 (6), pp.417-438, disponible sur : <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00895512/document>

[28] **CROGUENNEC T., JEANTET R., et BRULE G.,** 2008 -Fondements physicochimiques de la technologie laitière. Ed. Lavoisier, Paris. 176 p.

[29] **KOSSEVA MR,** Use of immobilised biocatalysts in the processing of cheese whey. Panesar PS, Kaur G, Kennedy JF. *Int J BiolMacromol* 2009;45:437-47.[en ligne], disponible sur <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19766668>

[30] **CARLOTTI A, JACOB F, PERRIER J, PONCET S.** Yeast production from crude sweet whey by a mixed culture of *Candida kefir* and *Candida valida*. *BiotechnolLett*, 1991.

[31] **SISO M.** The biotechnological utilization of cheese whey: a review. *BioresourTechnol* 1996; 57:1-11.Zadow J. *Whey and lactose processing*, 1992. Springer Netherlands, ISBN: 978-1-85166-753-6.

[32] **EL AASAR. S.** Submerged fermentation of cheese whey and molasses for citric acid production by *Aspergillusniger*. *Int J AgricBiol*, 2006; 8:463-67.

[33] **MESOMO M, SILVA MF, BONI G, PADILHA FF, MAZUTTI M, MOSSI A.,** Xanthan gum produced by *Xanthomonascampestris* from cheese whey: production optimisation and rheological characterisation. *J Sci Food Agric*, 2009; 89:2440-45.

[34] **LUQUET F.M. ET BOUDIER J.F.** Utilisation des lactosérums en alimentation humaine et animale. *Apria.*, 1984, 21, p : 1-7, 66, 83-90..

[35] **BERRY D.** *Ingredients foods.Dairy foods.* (2000). 101(4), p : 32.

[36] **WOO A.** La grande diversité du lactosérum. *Agriculture et agroalimentaire, Canada*, 2002.p3-13.

[37] **DRYER J.** La grande diversité du lactosérum. *Dairy foods.* (2001). 102(5), p: 35.

- [38] **YANG S.T AND SILVA M.** Novel products and new technology for use a familiar carbohydrate milk lactose. Journal of dairy science [en ligne] November 1995 Volume 78, Issue 11, Pages 2541–2562.
- [39] **GELEGENIS J. V** Optimization of biogas production by co-digesting whey with diluted poultry manure. Renewable Energy [en ligne], 2007.vol 32 N°13.[consulté 5/2016].P 2147-2160.
- [40] **PIERRE BUFFIERE, MATTHIEU CARRERE, OLIVIER LEMAIRE, JAVIER VASQUEZ.** Guide méthodologique pour l'exploitation d'unités de méthanisation de déchets solides, 2010.
- [41] **MOLETTA, R.** La méthanisation dans les écosystèmes naturels et cultivés. Paris, Éditions Tec & Doc. 2008.
- [42] Réseau Coopératif de Recherche sur les Déchets (RECORD). Techniques de production d'électricité à partir de biogaz et de gaz de synthèse. Étude n°07-0226/1A. 253 p. [En ligne], (2009), (Page consultée le 12 mars 2010), disponible sur : <http://www.record-net.org/record/etudesdownload/record07-0226_1A.pdf>
- [43] **MOLETTA, R. ET VERSTRAETE, W.** La méthanisation dans la problématique énergétique et environnementale. In Moletta, R., La méthanisation (chap. 1, p. 3-8). Paris, Éditions Tec & Doc, 2008.
- [44] **GODON, J.-J.** Aspects biochimiques et microbiologiques de la méthanisation. In Moletta, R., La méthanisation .Paris, Éditions Tec & Doc. (2008). (chap. 3, p. 61-85).
- [45] **SOLOMON, S., QIN, D., MANNING, M., ALLEY, R.B.,** Technical Summary. In Climate Change 2007: The Physical Science Basis. Contribution of Working Group I to the Fourth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change.
- [46] **OLIVIER, M.J.** Chimie de l'environnement. 6^e édition, Québec, 2009. Les productions Jacques Bernier, 360 p.
- [47] **EDORA, VALBIOM,** Comprendre la biométhanisation, 2012. Paris, Éditions Tec & Doc.
- [48] **BASTIDE Guillaume.** Service Prévention et Gestion des Déchets Direction Consommation Durable et Déchets - ADEME Angers, 2014.

- [49] **R. MOLETTA**, La méthanisation de la matière organique Aspects généraux, 2002. Paris, Éditions Tec & Doc. (chap. 3, p. 61-85).
- [50] **PRIGENT Hélène**, Méthanisation et Biomasse : quelles solutions pour quelles nuisances, 2006 , Paris, Éditions Tec & Doc. (2008). (chap. 3, p. 61-85).
- [51] **HAWKES F.R., GUWY A.J., ROZZI A.G., HAWKES D.L.** A new instrument for on-line measurement of bicarbonate alkalinity, (1993) Wat. Res., 27, (1), 167-170
- [52] **FARQUHAR, G. J. AND ROVERS, F.** Gas production during refuse decomposition. Water, air and soil pollution, (1973). 2 :483–495.
- [53] **EHRIG, H. J.** Quality and quantity of sanitary landfillleachate. Waste Management and Research, (1983). 1 :53–68.
- [54] **PHILIPPE DELFOSSE**, microbiologie de la digestion anaerobie, 2010.
- [55] **B. DE LA FARGE** ; « Le biogaz : Procédés de fermentation méthanique » ,1995.
- [56] **BERNET, N. ET BUFFIERE, P.** Caractérisation de la mise en œuvre de la méthanisation. In Moletta, R., La méthanisation (chap. 4, p. 87-113). Paris, Éditions Tec & Doc 2008.
- [57] **ASHEKUZZAMAN, S.M., POULSEN T. G.** "Optimizing feed composition for improved methane yield during anaerobic digestion of cow manure based waste mixtures. Bioresource Technology, 2011, 102(3): 2213-2218.
- [58] **LI, Y., PARK, S. Y., ZHU, J.** Solid-state anaerobic digestion for methane production from organic waste. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2011, 15: 821-826.
- [59] **OSTREM, K.** Greening Waste: Anaerobic digestion for treating the organic fraction of municipal solid wastes. Mémoire de maîtrise, Columbia University, New York. Truong, L.V-A.. Purification du biogaz provenant de la digestion anaérobie du lisier de porc. Mémoire de maîtrise, Université de Sherbrooke, 2004.
- [60] **TRUONG, L.V-A.** Purification du biogaz provenant de la digestion anaérobie du lisier de porc. Mémoire de maîtrise, Université de Sherbrooke, 2004.
- [61] **OSTREM, K.** Université de Liège-aute Ecole Charlemagne-Hemes, dans le cadre du printemps des Sciences 2002. Biomass and Bioenergy, 40 : 181-189.

- [62] **ALBUQUERQUE, J.A. C. DE LA FUENTE, A.FERRER-COSTA, L. CARRASCO, J. CEGARRA, M. ABAD, M. PILAR BERNAL**, 2012. Assessment of the fertiliser potential of digestates from farm and agroindustrial residues, *Biomass and Bioenergy*, 40 : 181-189.
- [63] **ORTENBLAD, H.**, The use of digested slurry within agriculture. Dans : AD-Nett (ed) : AD : Making energy and solving modern waste problems, Ortenblad H., Herning municipal utilities, Denmark, 2000.pp. 53-65.
- [64] **ROBERT, L.**, Valeur Fertilisante des fractions liquides de lisiers séparés, Porc Québec, Juin 2008, 52-54.
- [65] **MOLLER, K. AND T. MULER**. Effects of anaerobic digestion on digestate nutrient availability and crop growth : A review, *Enginering in Life Sciences*, ,2012. 12(3) :242-257.
- [66] **ADAS-SAC.**, Nutrient Value of Digestate from Farm-Based Biogas Plants in Scotland, Report for Scottish Executive Environment and Rural Affairs Departmen, 2007 ADA/009/06, 44 p.
- [67] **TAMBONE, F., F. ADANI, G. GIGLIOTTI, D. VOLPE, C. FABBRI AND M.R. P ROVENZANO**. Organic matter charaactirization during the anaerobic digestion of different biomasses by means of CPMAS 13C NMR spectroscopy, *Biomass and Bioenergy*, 2013. 48 : 111-120.
- [68] **ZIEMBA, C. AND J. PECCIA**. Net energy production associated with pathogen inactivation during mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of sewage, *water Research*, 45(16) : 201. 4758-4768.
- [69] **ALIBARDI, L.AND R. COSSU**. Stabilizatio of digestates from wet and dry anaerobic digestion, *Proceedings from Biomass and Waste Venice, Italy ; 8-11 November 2010.*, 10p.
- [70] **R. AIT AMEUR**. Contribution à la caractérisation biochimique de la fermentation méthanique des bouses de vaches, Mémoire de fin d'études, Université MOULOUDMAMMERI, TIZI OUZOU, 2003.
- [71] **MOLLETA R.**, la méthanisation, 2011, Edition Tec & doc, pp3-4.



Annexes

Annexe 1 : Méthodes analytiques

1. Analyse des MES

Les solides en suspension sont constitués par la matière en suspension dans l'eau. Ils proviennent de sources naturelles, d'effluents municipaux et industriels, du ruissellement des terres agricoles et des retombées de matières particulaires atmosphériques. Les eaux avec des niveaux élevés de solides en suspension peuvent provoquer des inconvénients dans certains procédés industriels.

1.1 Principe et théorie

Les solides en suspension totaux sont obtenus en faisant passer une portion d'un échantillon à travers un filtre préalablement séché à 105 °C et pesé. Les solides retenus sur le filtre sont séchés à 105 °C, puis pesés de nouveau. Le poids des solides en suspension est obtenu en faisant la différence entre le poids du filtre et des solides séchés et le poids initial du filtre, tout en tenant compte du volume filtré.

1.2 Appareillage

- ❖ Erlenmeyer à vide et entonnoir à filtration de type Büchner,
- ❖ Filtre Whatman 934 AH 47 mm ou l'équivalent,
- ❖ Filtre Whatman GF/C, 47 mm ou l'équivalent (1,2 µm),
- ❖ Étuve à une température de 105 °C ± 5 °C,
- ❖ Balance analytique dont la sensibilité est de 0,01 mg,

1.3 Protocole d'analyse

1) Conditionnement des filtres :

Le filtre est déposé dans une nacelle d'aluminium préalablement identifiée pour être conditionnée dans l'étuve à 105 °C pendant au moins 2 heures, ensuite le filtre est laissé dans un dessiccateur pendant au moins 4 heures pour qu'il refroidisse. Enfin le filtre est pesé à l'aide d'une balance analytique (sensibilité de 0,01 mg) avant de l'utiliser.

2) Dosage :

- ◆ Un échantillon de 25 mL est homogénéisé,
- ◆ On place le filtre sur l'entonnoir à filtration en notant bien son numéro et on filtre l'échantillon
- ◆ On dépose le filtre dans la nacelle d'aluminium pré identifiée sur un autre filtre de même type non conditionné. Ce filtre empêchera le filtre contenant l'échantillon d'adhérer à la nacelle et en facilitera la manipulation.
- ◆ On fait sécher le tout pendant la nuit, ou au moins 6 heures, à l'étuve à 105 °C. On sort la nacelle du four et on la laisse refroidir au moins 4 heures au dessiccateur.
- ◆ On pèse le filtre sec et on note le poids.

Pour la détermination des matières en suspension volatiles :

- ◆ On chauffe pendant un minimum de deux heures le filtre et la cupule dans la fournaise à moufle à 550 °C.
- ◆ On laisse refroidir le filtre au dessiccateur (un minimum de 4 heures), et on pèse le filtre et la cupule. Si le temps de calcination (2 heures) et le temps minimum mis au dessiccateur (4 heures) n'est pas respecté, on répète le cycle de calcination, mise au dessiccateur et pesage des filtres jusqu'à l'obtention d'un poids constant ou jusqu'à ce que le changement soit inférieur à 0,5 mg.

1.4 Calcul et expression des résultats

- ◆ Les résultats sont exprimés d'après les équations suivantes :

1) Matières en suspension :

$$C = \frac{A - B - D}{E} * 1\,000\,000$$

Où

C : concentration des solides en suspension dans l'échantillon (mg/L);

A : poids du filtre et des solides (g);

B : poids du filtre (g);

D : différence de poids du filtre témoin (g);

E : volume d'échantillon utilisé (mL);

1 000 000 : facteur de conversion entre mL et L et entre g et mg.

2) Matières en suspension volatiles :

$$E = \frac{(A - F) * 1\ 000\ 000}{D}$$

où

E : quantité de matières en suspension volatiles (mg/L);

A : poids du filtre + solides avant calcination (g) (après 103-105 °C);

F : poids du filtre + solides après calcination (g) (après 550°C);

D : volume d'échantillon utilisé (mL).

2. Analyse de la demande chimique en oxygène (DCO)

La demande chimique en oxygène (DCO) est la mesure de la quantité d'oxygène requise pour oxyder la matière organique et inorganique oxydable contenue dans un échantillon.

2.1 Principe et théorie

La matière oxydable contenue dans un échantillon est oxydée par chauffage à reflux en milieu fortement acide avec une quantité connue de bichromate de potassium dans une éprouvette fermée.

La consommation d'oxygène par l'échantillon provoque un changement de couleur dont l'absorbance est proportionnelle à la quantité de bichromate de potassium réduit et se mesure en équivalent d'oxygène.

2.2 Prélèvement et conservation

Un échantillon représentatif est prélevé dans un contenant de plastique ou de verre. L'échantillon est acidifié à $\text{pH} < 2$ à l'aide d'une solution de H_2SO_4 9N. Pour la DCO dissoute, l'échantillon doit être filtré avant de l'acidifier. Conserver les échantillons à 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

2.3 Appareillage

- Spectrophotomètre
- Bloc chauffant à une température de $150\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$
- Éprouvettes 16 x 125 mm en verre munies de bouchons avec joint de téflon
- Burette automatique
- Pipette automatique
- Agitateur Vortex

2.4 Réactifs et étalons

- Acide sulfurique, H_2SO_4 (CAS no 7664-93-9)
- Bichromate de potassium, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (CAS no 7778-50-9)
- Sulfate mercurique, HgSO_4 (CAS no 7783-35-9)
- Sulfate d'argent, Ag_2SO_4 (CAS no 10294-26-5)
- Biphthalate de potassium, $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (CAS no 877-24-7)

2.5 Préparation des solutions

❖ Solution de digestion pour la méthode à haut niveau

Dissoudre 10,2 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, préalablement séché à 105 °C pendant 2 heures, dans environ 500 mL d'eau. Ajouter doucement 167 mL de H_2SO_4 et 33,3 g de HgSO_4 . Agiter jusqu'à dissolution complète, laisser refroidir et compléter à 1 000 mL avec de l'eau.

❖ Réactif acide

Verser 23,4 g d' Ag_2SO_4 dans une bouteille de 4,25 kg de H_2SO_4 (2,5 L). Laisser reposer 1 à 2 jours afin que l' Ag_2SO_4 soit complètement dissous. La solution peut également être préparée dans une quantité moindre d'acide sulfurique. Cependant, la quantité d' Ag_2SO_4 ajoutée doit représenter 5,5 g d' Ag_2SO_4 par kg d'acide sulfurique.

Inverser la bouteille 3 fois avant la première utilisation, afin de s'assurer que la concentration de sulfate d'argent soit la même dans toute la bouteille. Verser 23,4 g d' Ag_2SO_4 dans une bouteille de 4,25 kg de H_2SO_4 (2,5 L). Laisser reposer 1 à 2 jours afin que l' Ag_2SO_4 soit complètement dissous. La solution peut également être préparée dans une quantité

moindre d'acide sulfurique. Cependant, la quantité d'Ag₂SO₄ ajoutée doit représenter 5,5 g d'Ag₂SO₄ par kg d'acide sulfurique. Inverser la bouteille 3 fois avant la première utilisation, afin de s'assurer que la concentration de sulfate d'argent soit la même dans toute la bouteille.

La solution doit être conservée à l'obscurité.

❖ **Solution d'acide sulfurique 9 N**

Diluer 250 mL de H₂SO₄ dans environ 600 mL d'eau. Laisser refroidir et compléter à 1000 mL avec de l'eau.

❖ **Solution étalon de 10 000 mg/L O₂**

Sécher le biphthalate de potassium au four à 120 °C pendant 2 heures et laisser refroidir au dessiccateur. Dissoudre 2,125 g de biphthalate de potassium dans environ 200 ml d'eau et compléter à 250 mL avec de l'eau.

❖ **Solutions étalons de 800, 500, 300 et 100 mg/L O₂ :**

Dans une série de fioles jaugées de 100 mL, introduire à l'aide de pipettes 8, 5, 3 et 1 mL de la solution étalon de 10 000 mg/L O₂ dans environ 80 mL d'eau. Ajouter 0,5 mL de H₂SO₄ 9N et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

2.6 Protocole d'analyse

- Prélever à l'aide d'une pipette 2,5 mL d'échantillon et l'introduire dans une éprouvette,
- Ajouter lentement 1,5 mL de la solution de digestion et ajouter lentement 1,5 mL de la solution de digestion,
- Ajouter lentement 3,5 mL du réactif acide, visser fermement le bouchon. Par la suite mélanger à l'agitateur. Lors du mélange, la chaleur dégagée est très grande. Inverser le tube lentement afin de s'assurer qu'il n'ait pas de fuite,
- Porter à reflux dans un bloc chauffant à une température de 150 °C ± 2 °C pendant une période de 2 heures.
- Laisser refroidir à la température ambiante.
- Ajuster la longueur d'onde du spectrophotomètre à 600 nm.
- Essuyer l'extérieur des éprouvettes avant de faire les lectures de transmittance.
- Ajuster le 100 % de transmittance avec la solution témoin. Tourner le tube de façon à obtenir la transmittance maximale.

- Noter la lecture de la transmittance des solutions étalons et des échantillons. Tourner le tube de façon à obtenir la transmittance maximale.

2.7 Calcul et expression des résultats

La courbe d'étalonnage est tracée à partir des mesures d'absorbance et de la concentration des solutions étalons.

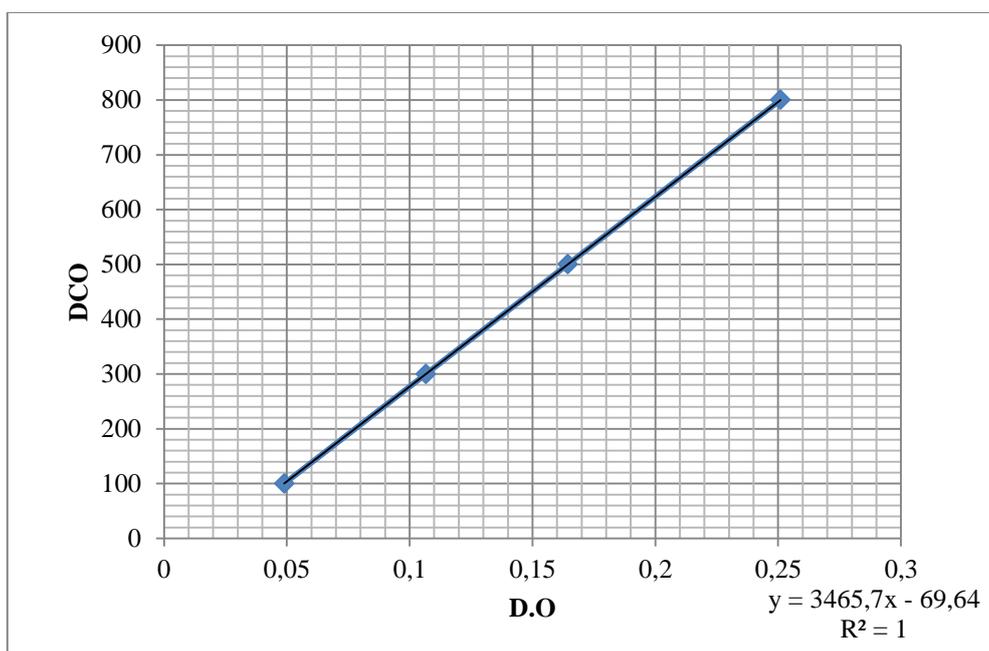


Figure 25: Courbe d'étalonnage de la DCO

La DCO est calculée donc : $DCO = 3465,7 DO - 69,64$

3. Détermination des AGV et TAC

Les acides gras volatils sont des acides gras à courte chaîne (6 carbones maximum) issus de la fermentation microbienne lors de la digestion anaérobie des boues (procédé de stabilisation). Une trop forte concentration en AGV est toxique pour les bactéries et nuit à la bonne exploitation du digesteur d'où l'importance de leur dosage.

3.1 Principe

Les AGV présents dans le surnageant sont séparés des MES par centrifugation. Le surnageant est dosé par H_2SO_4 pour descendre le pH à 4 : on détermine le Titre Alcalimétrique Complet. On continue de verser l'acide jusqu' à pH 3,5 afin d'être sûr que

tous les carbonates CO_3^{2-} initialement présents soient transformés en H_2CO_3 par l'acide sulfurique. Les H_2CO_3 formés sont ensuite éliminés par ébullition sous forme de CO_2 afin de ne pas interférer avec le dosage suivant.

On neutralise enfin les AGV par NaOH (jusqu'à pH 7).

3.2 Protocole d'analyse

- Prélever 25 mL de l'échantillon
- Centrifuger 10 min à 5000t/min
- Recueillir le surnageant dans un bécher
- Reprendre le culot dans 50 mL d'eau distillée
- Centrifuger 10 min à 5000t/min
- Recueillir le surnageant dans un bécher
- Reprendre le culot dans 50 mL d'eau distillée
- Centrifuger 10 min à 5000t/min
- Recueillir le surnageant dans un bécher
- Verser un volume V d' H_2SO_4 dans le surnageant jusqu'à pH 4
- Continuer l'opération jusqu'à pH 3,5
- Faire bouillir pendant 3 min
- Verser sous agitation V_2 ml de NaOH dans le bêche refroidi jusqu'à pH 4
- Continuer jusqu'à pH 7 : soit V_3 le volume final.

3.3 Calcul

$$\text{TAC} = \frac{V \cdot 0.1 \cdot 1000}{25} = V \cdot 4 \text{ meq/L}$$

$$\text{TAC} = V \cdot 4 \cdot 0.05 \text{ en mg/L de CaCO}_3$$

$$\text{Acidité volatil e} = \frac{(V_3 - V_2)}{25} \cdot 0.1 \cdot 1000 \text{ en meq/L}$$

$$\text{Acidité volatile} = (V_3 - V_2) \cdot 4 \cdot 0.06 \text{ en g/L d'AG}$$

Annexe 2 : Résultats des trois co-digestions

1. Co-digestion du lactosérum et des boues de laiterie :

Jour	pH
1	6,44
2	4,34
3	6,52
4	6,70
5	7,19
8	7,11
10	7,03
12	6,16
15	6,06
17	5,71
19	6,41
23	6,03
24	5,80

Jours	DCO (mg d'O ₂ /L)
2	26788,00
5	16554,61
8	15106,13
10	14323,44
12	15820,84
15	16848,11
17	18315,65
19	16848,11
24	16261,10

Jours	AGV (mg/L)	TAC (mg de CaCO ₃ /L)
2	1100	0
3	4300	5810
5	3100	8400
8	4200	8160
10	3900	7800
12	6900	8400
15	6900	7920
17	7700	10560
19	9700	10440
24	9000	11280

2. Co-digestion du lactosérum et des bouses de vache sans ajustement du pH :

Jour	pH	U (mV)
1	6,58	
2	3,96	167,0
3	4,13	
6	4,01	167,4
8	4,10	160,0
10	4,48	137,5
13	4,68	126,4
15	4,66	99,0
16	4,68	126,4
17	4,61	124,4
21	4,72	116,3
24	4,84	111,7

Jour	DCO (mg d'O ₂ /L)
1	35 319,40
2	22 254,09
3	20 053,3
6	16 629,43
8	20 053,13
10	19 564,03
13	18 096,73
15	16 873,98
17	16 629,43
21	19 927,63
24	17 118,53

Jour	TAC (mg de CaCO ₃ /L)	AGV (mg/L)
1	0	1020
3	0	3600
6	0	2280
8	0	3480
10	1600	3720
13	1400	3720
15	1600	3720
16	1000	3600
17	1300	3480
21	3200	5280
23	3400	5640

Jour	Volume journalier (mL)	Volume cumulé (mL)
1	0	0
2	355	355
3	260	615
4	300	915
5	500	1415
6	590	2005
7	1110	3115
8	540	3655
9	905	4560
10	630	5190
11	100	5290
12	70	5360
13	40	5400
14	35	5435
15	25	5460
16	23	5483
17	17	5500
18	60	5560
19	40	5600
20	17	5617
21	27	5644
22	33	5677
23	23	5700
24	0	5700

3. Co-digestion du lactosérum et des bouses de vache avec ajustement du pH :

Jour	pH	U (mV)
1	6,47	
2	4,2	90
3	6,39	18,5
4	6,2	25,5
7	6,11	32,5
8	6,1	
9	6,2	37,8
11	5,9	54,9
14	6,2	38,4
16	5,93	53,8
18	6,04	40,8
21	6,3	38
23	6,2	29,6

Jour	DCO (mg d'O ₂ /L)
1	35 182,18
2	27 544,64
3	26 351,29
4	25 750,26
7	25 607,06
9	22 651,90
11	26 323,07
14	25 320,65
18	22 886,22
21	23 107,49
23	19 766,11

Jour	TAC (mg de CaCO ₃ /L)	AGV (mg/L)
1	1500	2400
3	3500	4020
4	6400	7200
7	6000	7320
9	6100	6720
11	5500	7080
14	6800	7200
16	6800	6960
18	7000	5640
21	8200	6000
23	8000	6000

Jour	Volume journalier (mL)	Volume cumulé (mL)
1	0	0
2	2000	2000
3	1750	3750
4	900	4650
5	800	5450
6	580	6030
7	500	6530
8	850	7380
9	750	8130
10	310	8440
11	650	9090
12	550	9640
13	280	9920
14	140	10060
15	70	10130
16	215	10345
17	65	10410
18	180	10590
19	230	10820
20	120	10940
21	130	11070
22	105	11175
23	120	11295
24	120	11415
25	120	11535

Annexe 3



Figure 26 : Bassin de soutirage du lactosérum



Figure 27: Bécher contenant du lactosérum issu de laiterie de BOUDOUAOU



Figure 28: Echantillon des boues biologiques issues de la STEP de la laiterie

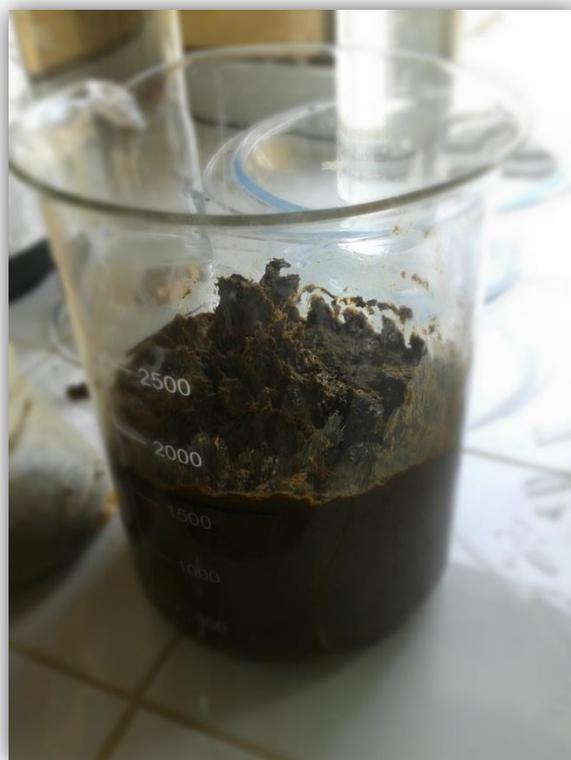


Figure 29: Echantillon de bouse de vache



Figure 30: Analyseur de biogaz donnant la composition du méthane et dioxyde de carbone



Figure 31: Analyse du gaz produit lors de la 3ème co-digestion