

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

Ecole Nationale Polytechnique

Département Génie des Procédés et Environnement



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



Thèse de Doctorat en (Génie de l'Environnement)

**Valorisation des Sous-produits de l'Industrie Agroalimentaire
par Digestion Anaérobie : Production de Biogaz.**

Présentée par : TIRICHINE Nassima

Magistère en (Génie de l'Environnement)

Sous la direction de Mr. Rabah BOUARAB (Professeur à l'ENP)

Présentée et soutenue publiquement le (14/03/2024)

Composition du jury :

Président :	Mr. A. CHERGUI	Professeur	ENP
Directeur de thèse :	Mr. R. BOUARAB	Professeur	ENP
Co-directeur de thèse :	Mr. H. LOUNICI	Professeur	U. Bouira
Examineurs :	Mr. A. SELATNIA	Professeur	ENP
	Mr D. TAZDAIT	MCA	U. Alger I
	Mme. D. HANK	Professeur	ENSA
	Mme N. CHEKIR	MCA	USTHB

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات

Ecole Nationale Polytechnique

Département Génie des Procédés et Environnement



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



Thèse de Doctorat en (Génie de l'Environnement)

**Valorisation des Sous-produits de l'Industrie Agroalimentaire
par Digestion Anaérobie : Production de Biogaz.**

Présentée par : TIRICHINE Nassima

Magistère en (Génie de l'Environnement)

Sous la direction de Mr. Rabah BOUARAB (Professeur à l'ENP)

Présentée et soutenue publiquement le (14/03/2024)

Composition du jury :

Président :	Mr. A. CHERGUI	Professeur	ENP
Directeur de thèse :	Mr. R. BOUARAB	Professeur	ENP
Co-directeur de thèse :	Mr. H. LOUNICI	Professeur	U. Bouira
Examineurs :	Mr. A. SELATNIA	Professeur	ENP
	Mr D. TAZDAIT	MCA	U. Alger I
	Mme. D. HANK	Professeur	ENSA
	Mme N. CHEKIR	MCA	USTHB

ملخص

في هذا العمل البحثي، قمنا بتحسين إنتاج الميثانوجين للغاز الحيوي الناتج عن الهضم المشترك للاهوائي لمصل اللبن باستخدام لقاحين؛ روث الماشية من جهة، والحماة المهضومة من محطات معالجة مياه الصرف الصحي من جهة أخرى. من أجل تحسين العملية، قمنا بدراسة تأثير بعض المعلمات التجريبية الأس الهيدروجيني نسبة المواد الصلبة والمواد الصلبة المتطايرة وبالتالي، قمنا بإجراء فحوصات منتظمة على المعلمات الرئيسية الأس الهيدروجيني لوسط التفاعل، وإمكانات الأكسدة والاختزال، والقلوية، وإنتاج الأحماض الدهنية الطيارة، نسبة المواد الصلبة والمواد الصلبة المتطايرة والطلب الكيميائي للأكسجين وكذلك الإنتاج التراكمي للغاز الحيوي المنتج وكميات الميثان وثاني أكسيد الكربون في الغاز الحيوي. لقد ثبت في حالة الهضم المشترك مع روث الأبقار، أن ضبط الأس الهيدروجيني لوسط التشغيل يؤدي إلى تحسن ملحوظ في معدل الميثان حتى 80% في الغاز الحيوي، مع إنتاج ميثانوجيني يساوي 215 لترًا من الميثان بينما في حالة الهضم المشترك لمصل اللبن مع الحماة المهضومة من محطات معالجة مياه الصرف الصحي بدون تعديل الأس الهيدروجيني، حصلنا على معدل ميثان أعلى، أي 83%، وإنتاج ميثانوجيني أفضل يساوي 492 لترًا من الميثان.

الكلمات المفتاحية : الهضم المشترك اللاهوائي، مصلى اللبن، حماة محطات معالجة مياه الصرف الصحي الغاز الحيوي، إنتاج الميثان

Abstract

In this research work, we optimized the methanogenic yield of biogas produced by mesophilic anaerobic co-digestion of whey with two inoculums; cattle manure on the one hand, and digested sludge from WWTP on the other hand. In order to optimize the process, we studied the influence of some experimental parameters; pH (adjustment and non-adjustment), %TS, and amount of VS (substrate/inoculum). Thus, we carried out regular checks on the main parameters; pH of the reaction medium, redox potential, alkalinity, production of AGV, TS, VS and COD; As well as the cumulative production of the biogas produced, and the quantities of CH₄ and CO₂ in the biogas. It has been shown in the case of co-digestion with bovine manure, that adjusting the pH of the operating medium leads to a marked improvement in the methane rate (up to 80%) in the biogas, with a methanogenic yield equal to 215 L of CH₄/kg VS, at 7% TS. While in the case of co-digestion of whey with digested sludge from WWTP without pH adjustment, we obtained a higher methane rate, i.e. 83%, and a better methanogenic yield equal to 492 L of CH₄/kg VS, obtained under the following operating conditions: pH of 6.5-7, at 3.4% TS, and 45.6% VS (with 20 kg of whey/80 kg of digested sludge).

Key words: anaerobic digestion, whey, cattle manure, WWTP sludge, biogas, methanogenic yield.

Résumé :

Dans ce travail de recherche, nous avons optimisé le rendement méthanogène du biogaz produit par la co-digestion anaérobie, mésophile du lactosérum avec deux inoculums ; le fumier de bovin d'une part, et les boues digérées de STEP d'autre part. Afin d'optimiser le processus, nous avons étudié l'influence de quelques paramètres expérimentaux ; pH (ajustement et non ajustement), %TS, et la quantité de VS (substrat/inoculum). Ainsi, nous avons effectué des contrôles réguliers sur les principaux paramètres ; pH du milieu réactionnel, potentiel redox, alcalinité, production des AGV, TS, VS et la DCO ; Ainsi que la production cumulée des biogaz produits, et les quantités de CH₄ et CO₂ dans les biogaz. Il a été montré dans le cas de la co-digestion avec du fumier bovin, qu'un ajustement de pH du milieu opératoire conduit à une nette amélioration du taux de méthane (jusqu'à 80 %) dans le biogaz, avec un rendement méthanogène égale à 215 L de CH₄/kg VS, à 7% de TS. Alors que dans le cas d'une codigestion du lactosérum avec les boues digérées de STEP sans ajustement du pH, nous avons obtenu un taux de méthane supérieure, soit 83%, et un meilleur rendement méthanogène égale à 492 L de CH₄/kg VS, obtenu dans les conditions opératoires suivantes : pH de 6.5-7, à 3.4% de TS, et 45.6% de VS (avec 20 kg de lactosérum/80 kg de boues digérées).

Mots clés : digestion anaérobie, lactosérum, fumier bovin, boues de STEP, biogaz, rendement méthanogène.

Remerciements

Je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir donné la force d'aller jusqu'au bout.

J'adresse mes sincères remerciements et mon profond respect à mon Directeur de thèse, le Professeur **Rabah BOUARAB**, d'avoir accepté de diriger et de suivre ce travail de recherche avec une grande confiance. Je suis réellement reconnaissante.

Je tiens à remercier du fond de mon cœur notre Professeur **Hakim LOUNICI** pour sa disponibilité, son soutien, son dynamisme et ces infinis conseils. Sincères remerciements.

Je suis très honorée que Mr **Abdelmalek CHERGUI**, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique, ait accepté de présider le jury de soutenance de ma thèse.

Je tiens à remercier du fond du cœur Mr **Amar SELATNIA**, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique, Mr **Djaber TAZDAIT**, Maître de Conférence A, à l'Université d'Alger I, Mme **Dalila HANK**, Professeur à l'Ecole Supérieure Nationale d'Agronomie et Mme **Nadia CHEKIR**, Maître de Conférences A à l'Université des Sciences et Technologie Houari Boumedién d'avoir accepté d'examiner mon travail. Sincères remerciements.

Mes gratifications les plus vives vont à **Meriem SABER**, Directrice de Recherche et Chef d'équipe Biogaz et Biomasse Energie au CDER, pour sa précieuse aide, pour tous ses conseils, et pour toutes ses qualités scientifiques et humaines.

Je tiens aussi à exprimer ma gratitude envers nos Directeurs du CDER, Messieurs **Noureddine YASSAA**, **Said DIAF** et **Amar HADJ ARAB** et Madame **Majda Amina AZIZA**, Chef de Division Bioénergie et Environnement, d'avoir mis à ma disposition les outils nécessaires à la réalisation de ce travail de recherche.

Je tiens à remercier toute mon équipe du CDER, en particulier, **Mohammed KHITOUS** pour ces précieux conseils, **Abdessalam BERRACHED**, pour son aide, sans oublier notre collègue **Maamar FEDAINLANE**, pour son soutien et sa sympathie.

Je tiens aussi à exprimer ma reconnaissance au personnel de la laiterie de BOUDOUAOU pour m'avoir reçus et donnés de leur temps.

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

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail de recherche,

*A mes très chers parents, pour leur soutien et tous
leurs sacrifices à mon égard durant toutes les années
de ma formation ;*

A mon cher mari : Salim

A mes très chers enfants : Sami et Amira

A mes chers frères : Lyes et Noureddine

A tous ceux qui m'aiment et me souhaitent le bonheur

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale	15
I. Rappels bibliographiques :	19
I.1 La méthanisation :	19
I.1.1 Définition :	19
I.1.2 Les étapes de la digestion anaérobie :	19
I.1.2.1 L'hydrolyse :	19
I.1.2.2 Acidogénèse :	20
I.1.2.3 Acétogénèse :	20
I.1.2.4 La méthanogénèse :	21
I.1.3 Les paramètres physico-chimiques de la digestion anaérobie :	22
I.1.3.1 pH :	22
I.1.3.2 Potentiel d'oxydoréduction :	23
I.1.3.3 Alcalinité :	23
I.1.3.4 Acides gras volatils AGV :	23
I.1.3.5 Agitation :	24
I.1.3.6 La matière sèche :	24
I.1.3.7 La demande chimique en oxygène :	25
I.1.3.8 Le potentiel méthanogène :	26
I.1.3.9 Facteurs d'intoxication :	26
a) Intoxication aux AGV (acidose) :	27
b) Intoxication à l'ammoniac NH ₃ (alcalose) :	27
c) Intoxication au dihydrogène de soufre (H ₂ S) :	28
I.2 Déchets d'élevage et effluents :	28
I.2.1 Effluents laitiers :	28
I.2.1.1 Lactosérum :	28
I.2.1.2 Types de lactosérum :	29
a) Lactosérum doux :	29
b) Lactosérum acide :	29
I.2.1.3 Composition du lactosérum :	30

I.2.1.4	Pouvoir polluant du lactosérum :	30
I.2.1.5	Impact des effluents laitiers sur l'environnement :	31
I.2.1.6	Utilisation du lactosérum :	31
I.2.1.7	Valorisation énergétique du lactosérum :	32
a)	Production de bioéthanol :	32
b)	Production de biogaz :	32
I.2.2	Les déchets d'élevages :	32
a)	Lisiers :	33
b)	Fumiers :	33
c)	Bouse de vache :	33
I.2.3	Les boues de STEP :	34
a)	Les boues primaires :	34
b)	Les boues secondaires :	34
c)	Les boues mixtes :	34
I.3	Potentiel des déchets et effluents :	34
I.3.1	Les déchets solides et agroindustriels :	34
I.3.2	Les effluents industriels :	35
I.4	La co-méthanisation :	35
I.4.1	La co-méthanisation des co-produits solides et liquides :	35
I.4.2	La co-méthanisation du lactosérum :	37
I.5	Les produits de la méthanisation :	42
I.5.1	Biogaz :	42
I.5.2	Digestat :	44
II.	Méthodologie expérimentale :	44
II.1	L'effluent et inoculums :	44
II.1.1	Le lactosérum :	44
II.1.2	Le fumier de bovin :	44
II.1.3	Les boues de STEP :	44
II.2	Les dispositifs expérimentaux :	45
II.2.1	Dispositif expérimental à bioréacteurs de 2 L :	45
II.2.2	Dispositif expérimental à bioréacteur de 5 L :	46
II.2.3	Dispositif expérimental à bioréacteur de 50 L :	47
II.3	Le protocole expérimental et fréquence d'analyses :	48
II.4	Les méthodes d'analyses :	49
II.4.1	Mesure du potentiel hydrogène (pH) :	49
II.4.2.	Détermination de l'alcalinité et de l'acidité volatile	49

II.4.3 Détermination des matières en suspension et matières volatiles sèches :.....	51
II.4.4 Demande chimique en oxygène :.....	52
II.4.5 Mesure de la quantité de biogaz :	54
II.4.6 Mesure du méthane et du gaz carbonique dans le biogaz :.....	54
III. Résultats et discussion :	56
III.1 Co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les bouses de vache avec et sans ajustement chimique du milieu réactionnel :	56
III.1.1 Co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les bouses de vache sans ajustement chimique du milieu réactionnel :.....	56
III.1.1.1 Contrôle du potentiel hydrogène (pH) :.....	56
III.1.1.2 Suivi du potentiel d'oxydo-réduction :.....	57
III.1.1.3 Evolution de l'alcalinité :	58
III.1.1.4 Evolution des acides gras volatils :.....	58
III.1.1.5 Suivi et abattement de la DCO :.....	60
III.1.1.6 Production et composition du biogaz :.....	61
III.1.2 Co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les bouses de vache avec ajustement chimique du milieu réactionnel :.....	62
III.1.2.1 Contrôle du potentiel hydrogène (pH) :.....	63
III.1.2.2 Suivi du potentiel d'oxydo-réduction :.....	63
III.1.2.3 Evolution de l'alcalinité :	64
III.1.2.4 Evolution des AGV :	65
III.1.2.5 Suivi et abattement de la DCO :.....	66
III.1.2.6 Production et composition du biogaz :	66
III.2 Co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les bouses de vache à 7% et 9% de TS :.....	69
III.2.1 Caractérisation physico-chimique du lactosérum et de la bouse de vache :	69
III.2.2 Co-digestion anaérobie du lactosérum avec la bouse de vache et suivi des principaux paramètres : 70	70
III.2.3. Caractérisation physico-chimique des substrats.....	70
III.2.4 Suivi des paramètres physico-chimiques dans les digesteurs D1 et D2 :.....	71
III.2.4.1. Suivi du pH et du potentiel redox (Eh).....	71
III.2.4.2 Suivi des acides gras volatils (AGV) :.....	72
III.2.4.3 Profil de l'alcalinité (TAC) :.....	74
III.2.5 Analyse quantitative du biogaz :	76
III.2.5.1 Production journalière du biogaz :.....	76
III.2.5.2 Production cumulée :.....	78
III.2.6 Analyse qualitative du biogaz :	78
III.2.6.1 Production de méthane :	78

III.2.6.2 Performances des digesteurs à 9% de TS et 7% de TS :.....	80
III.3 Co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les boues de STEP avec différents rapports substrat/ inoculum :.....	82
III.3.1 Les conditions initiales :.....	82
III.3.2 Suivi du pH, du TAC et des AGV :.....	82
III.3.3 Production cumulée en biogaz et méthane :.....	84
III.3.5. Composition en CO ₂ et CH ₄	85
Conclusion générale.....	89
Références bibliographiques.....	93
Annexes	

Liste des tableaux

Tableau I.1 - Différences entre méthanisation par voie sèche et humide [32].	25
Tableau I.2 - Caractéristiques physico-chimiques du lactosérum [45].	30
Tableau I.3 - Production spécifique de biogaz pour divers types de déchets [61].	35
Tableau I.4 - Différents types de co-produits utilisés dans la co-méthanisation.	36
Tableau I.5 - Rendement spécifique en méthane de quelques substrats en mono et co-digestion du lactosérum [67].	38
Tableau I.6 - Caractéristiques opérationnelles de quelques systèmes utilisés pour la co-méthanisation du lactosérum.	38
Tableau I.7 - Composition moyenne du biogaz [70].	42
Tableau I.8 - Rendement de production de biogaz en fonction de la nature du substrat [72].	43
Tableau II.1 - Paramètres, fréquence de suivi, appareils et normes de l'analyse.	49
Tableau III.1 - Composition de biogaz durant la co-digestion anaérobie du lactosérum avec les bouses de vache sans ajustement du pH.	62
Tableau III.2 - Composition du biogaz produit lors de la co-digestion anaérobie du lactosérum avec les bouses de vache avec ajustement du pH.	68
Tableau III.4 - Caractéristiques physico-chimiques des substrats à l'entrée des digesteurs avec 9% de TS et 7% de TS.	70
Tableau III.5 - Efficacité d'abattement de la DCO et rendement en méthane pour les digesteurs à 9% de TS et 7% de TS.	80
Tableau III.6 - Conditions initiales pour les trois co-digestions anaérobies du lactosérum avec les boues de STEP : (20L: 80B), (50L: 50B) et (80L: 20B).	82

Liste des figures

Figure I.1 - Dégradation de la matière sèche au cours de la digestion anaérobie [33].	26
Figure I.2 - Comparaison des composantes du lait de vache et du lactosérum.	29
Figure I.4 - Equivalent énergétique d'un mètre cube de biogaz (contenant 70% de méthane et 30 % de gaz carbonique) [74].	44
Figure II.1 - Dispositif expérimental de la co-digestion anaérobie du lactosérum et la bouse de vache en discontinu (Laboratoire Bioénergies-CDER).	45
Figure II.2 - Dispositif expérimental de la co-digestion anaérobie du lactosérum et la bouse de vache en discontinu (Laboratoire Bioénergies-CDER).	46
Figure II.3 - Dispositif expérimental de la co-digestion anaérobie du lactosérum et les boues de STEP en discontinu (Laboratoire Bioénergies-CDER).	47
Figure II.4 - Protocole expérimental pour les co-digestions anaérobies du lactosérum avec les bouses de vaches, et le lactosérum avec les boues de STEP.	48
Figure III.1 - Evolution du pH durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.	56
Figure III.2 - Variation du potentiel d'oxydo-réduction durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.	57
Figure III.3 - Evolution de l'alcalinité durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.	58
Figure III.4 - Evolution des AGV durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.	59
Figure III.5 - Comparaison entre les AGV et le pH durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.	59
Figure III.6 - Abattement de la DCO au cours de la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.	60
Figure III.7 - Production journalière du biogaz durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.	62
Figure III.8 - Production cumulée du biogaz durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.	62
Figure III.9 - Evolution du pH durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.	63
Figure III.10 - Evolution du potentiel redox durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.	64

Figure III.11 - Evolution du TAC durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.	64
Figure III.12 - Evolution des AGV durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.	65
Figure III.13 - Abattement de la DCO durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.	66
Figure III.14 - Production journalière de biogaz durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.	67
Figure III.15 - Production cumulée de biogaz durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.	67
Figure III.16 - Evolution du potentiel redox et pH dans le digesteur D1 à 9% de TS.	71
Figure III.17 - Evolution de potentiel redox et pH dans le digesteur D2 à 7% de TS :	72
Figure III.18 - Evolution des AGV dans les digesteurs D1 (9% de TS) et D2 (7% de TS).	73
Figure III.19 - Evolution des TAC et pH dans le digesteur D1 à 9% de TS.	75
Figure III.20 - Evolution des TAC et pH dans le digesteur D2 à 7% de TS.	75
Figure III.21 - Evolution du volume de biogaz produit par les digesteurs D1 (9% de TS) et D2 (7% de TS).	76
Figure III.22 - Evolution cumulée du biogaz produit par les digesteurs D1 (9% de TS) et D2 (7% de TS).	78
Figure III.23 - Evolution du taux de méthane dans le biogaz produit par le digesteur D1 (à 9% de TS).	79
Figure III.24 - Evolution du taux de méthane dans le biogaz produit par le digesteur D2 (à 7% de TS).	79
Figure III.25 - Mesures des TAC, AGV et pH durant les co-digestions anaérobies : a. 20 :80 ; b. 50: 50 et c. 80 :20.	83
Figure III.26 - Productions cumulées en biogaz et en méthane pour les trois co-digestions anaérobies du lactosérum avec les boues de STEP : a. (20:80) ; b. (50:50) ; c. (80:20).	84
Figure III.29 - Proportion de méthane et gaz carbonique dans le biogaz pour la co-digestion du lactosérum avec les boues de STEP 20L:80B.	85
Figure III.30 - Proportion de méthane et gaz carbonique dans le biogaz pour la co-digestion du lactosérum avec les boues de STEP 50L:50B.	86
Figure III.31 - Proportion de méthane et gaz carbonique dans le biogaz pour la co-digestion du lactosérum avec les boues de STEP 80L:20B.	86
Figure III.32 - Rendements méthane avec différents ratios: Lactosérum : Boues digérées.	87

Liste des abréviations

AGV	Acides gras volatils
B	Boues
BMP	Biochemical methane potential
D1	Digesteur 1
D2	Digesteur 2
DA	Digestion anaérobie
DBO	Demande biologique en oxygène
DCO	Demande chimique en oxygène
Eh	Potentiel d'oxydo-réduction
GES	Gaz à effet de serre
HRT	Temps de rétention hydraulique
L	Lactosérum
MS	Matières sèches
MV	Matière volatiles
OLR	Taux de charge organique
pH	Potentiel hydrogène
STEP	Station d'épuration
TAC	Titre alcalimétrique complet
TS	Solides totaux
VS	Solides volatils

Introduction

Générale

Introduction générale

Les énergies renouvelables, en Algérie, n'ont pas connu une large utilisation et sont plutôt confinées à l'état expérimental mise à part quelques applications dans le domaine de l'énergie photovoltaïque. Cette situation est due partiellement à la disponibilité des ressources énergétiques fossiles, et l'absence d'un cadre législatif gérant ce secteur.

Actuellement, l'importance du coût de la consommation énergétique, la mise en place d'une politique nationale de maîtrise de l'énergie et la prise en charge des problèmes de l'environnement favorisent le recours à l'utilisation des énergies renouvelables.

Plusieurs procédés se positionnent pour la valorisation énergétique, avec au premier rang, la digestion anaérobie connue sous le nom de méthanisation.

La méthanisation, en tant que bioprocédé, peut être mise en œuvre dans un digesteur, pour dépolluer des rejets chargés en matières organiques tout en produisant de l'énergie sous forme de méthane. Elle permet de traiter des rejets aussi divers que les eaux usées, les boues de stations d'épuration, les déchets agricoles, les effluents des industries agro-alimentaires, et les déchets de cuisine [1]. Les procédés de digestion anaérobie largement utilisés pour le traitement des eaux usées agro-industrielles et laitières, nécessitent des technologies de surveillance et de diagnostic efficaces pour améliorer leurs performances [2].

Par ailleurs, la méthanisation avec valorisation énergétique du biogaz produit a toute sa place parmi l'ensemble des diverses solutions de production d'énergies renouvelables permettant d'atteindre trois objectifs complémentaires : produire de l'énergie, réduire la charge polluante des déchets et des effluents et également, selon la nature du produit de départ, produire un digestat stabilisé utilisable comme fertilisant ou amendement organique [3],[4].

Ce présent travail de recherche vise la valorisation d'un effluent issu de l'industrie laitière, « le lactosérum », par co-digestion anaérobie mésophile avec deux principaux déchets ; l'un issu de l'élevage bovin « les déjections bovines », et l'autre issu du traitement des eaux usées « les boues digérées ».

Les industries laitières produisent annuellement des centaines de millions de kilogrammes de lait et dérivés, ce qui entraîne d'énormes quantités de lactosérum avec une production mondiale estimée à 190 milliards de kg par an. Ce lactosérum est une ressource exceptionnelle pour la production de l'énergie, mais actuellement son potentiel n'est pas pleinement exploité [5].

Du fait de sa forte charge organique en DCO, allant de 57 à 140 g d'O₂/L, le lactosérum représente une énorme opportunité pour la bioénergie [5]-[8]. Cependant et d'après les travaux entrepris par d'autres auteurs [9],[10], la digestion anaérobie 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. Son association ou co-méthanisation avec des substrats ou des inoculums présentant un pouvoir tampon tels que les fumiers, les boues de STEP, ou les eaux usées pourrait être une alternative pour contourner ce risque d'inhibition. Plusieurs travaux de recherche ont été entrepris sur la co-digestion du lactosérum [6], [11]-[16]. Et plus actuellement, les travaux de recherche effectués par les auteurs [2], [5], [7], [17], [18].

Cette co-digestion présente plusieurs avantages par rapport à la méthanisation du lactosérum seul. Le principal avantage étant 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 déjections bovines en premier lieu, ensuite les boues biologiques digérées de STEP en second lieu. Ceci dans le double intérêt de traiter et valoriser ces sous-produits d'une part et de produire une énergie propre et renouvelable d'autre part. Nous aborderons tout au début de ce travail de recherche, 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 principales caractéristiques des co-substrats utilisés, ainsi que l'intérêt de la co-méthanisation avec ses avantages et inconvénients. Un grand chapitre a été consacré à la description du matériel biologique utilisé tout au long de notre expérimentation ainsi que les différents dispositifs expérimentaux à petite et grande échelle. Et enfin, les méthodes d'analyse et instrumentation utilisées dans le contrôle et suivi du processus. Trois grandes séries de résultats expérimentaux sont développées dans le chapitre : résultats et interprétation, comportant les analyses physico-chimiques : le pH du milieu réactionnel, le potentiel redox, l'alcalinité du milieu, la production des acides gras volatils, les TS, VS et DCO ; ainsi que les analyses quantitatives et qualitative du biogaz produit : production journalière et cumulée, et analyse des quantités de CH₄ et CO₂.

En effet, la première partie de ce travail de recherche concerne la co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les déjections bovines avec et sans ajustement du pH. La seconde partie concerne la co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les déjections bovines à 7% et 9% de TS. Et la troisième grande partie concerne la co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et des boues digérées de STEP à différents ratios de lactosérum et boues : 20L :80B ; 50L :50B ; et 80L :20B.

Les différents résultats obtenus sont ainsi illustrés et comparés afin de dégager les principales lignes directrices concernant la valorisation énergétique du lactosérum. Et enfin, nous achevons cette étude par une conclusion générale englobant les principaux résultats obtenus, ainsi que quelques recommandations et perspectives.

Chapitre 1

Rappels

Bibliographiques

I. Rappels bibliographiques :

I.1 La méthanisation :

I.1.1 Définition :

La méthanisation, ou encore appelée « digestion anaérobie », est la transformation de la matière organique en un biogaz composé principalement de méthane et de gaz carbonique par un consortium microbien fonctionnant en anaérobiose, c'est à dire en absence d'oxygène. C'est une transformation naturelle qui se réalise dans tous les milieux où l'on trouve la matière organique en absence d'oxygène, et où les conditions physico-chimiques sont compatibles avec celles du vivant [19]. Les secteurs agricoles, industriels, le traitement des déchets ménagers et la gestion des boues d'assainissement sont des milieux favorables au développement de cette technique [20].

I.1.2 Les étapes de la digestion anaérobie :

I.1.2.1 L'hydrolyse :

Au cours de cette étape du processus de dégradation des déchets, les micro-organismes anaérobies et aérobies facultatifs produisent des enzymes extracellulaires qui hydrolysent les bipolymères (polysaccharides, lipides, protéines en oligomères et monomères, hydrosolubles. Ainsi, les polysaccharides sont transformés en sucres simples, les lipides en acides gras et glycérol, les protéines en oligopeptides et acides aminés. Cette phase s'accompagne de la production d'azote ammoniacal et de biogaz constitué majoritairement de CO₂.

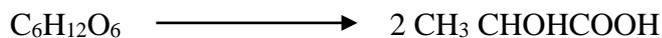
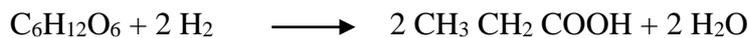
L'hydrolyse des déchets est un processus continu qui perdure tout au long du processus de dégradation, même lorsque le massif de déchet entre en phase d'acidogénèse, puis de méthanogénèse dominante. Ainsi, c'est l'étape d'hydrolyse qui est la plus lente et qui limite donc cinétiquement l'ensemble du processus de dégradation des déchets. Cette étape est lente tandis que l'acidogénèse, l'étape suivante, est 30 à 40 fois plus rapide [19].

L'évolution de l'hydrolyse se caractérise par une diminution du potentiel d'oxydo-réduction et par une forte augmentation de la charge organique.

I.1.2.2 Acidogénèse :

L'hydrolyse des polymères organiques conduit à la formation de monomères ou de produits de faible poids moléculaire. Ainsi, au cours de cette seconde étape anaérobie de la biodégradation des déchets, les sucres, les acides aminés et les acides gras obtenus à l'étape précédente sont fermentés par les micro-organismes acidogènes. La fermentation conduit à la production principalement d'acides gras volatils AGV, tels que l'acide formique HCOOH, acétique CH₃COOH, lactique CH₃CHOHCOOH, propionique CH₃CH₂COOH, butyrique CH₃(CH₂)₂COOH ou valérique CH₃(CH₂)₃COOH, mais également d'alcool, majoritairement de l'éthanol, CH₃CH₂OH. Cette dégradation s'accompagne également de la production d'azote ammoniacal et de biogaz constitué majoritairement de dioxyde de carbone et, d'hydrogène et d'hydrogène sulfuré.

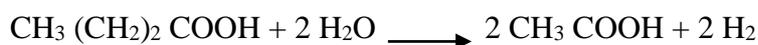
Les réactions d'acidogénèse du glucose sont données à titre d'exemples : [19]



Rapidement, la teneur en acides gras volatils devient prépondérante dans la fraction organique des lixiviats [21]. Cette production d'acides entraîne une diminution du pH des lixiviats provoquant ainsi la dissolution des matières inorganiques. Pendant cette phase, la demande chimique en oxygène DCO continue à augmenter [19].

I.1.2.3 Acétogénèse :

Lors de la troisième phase de dégradation anaérobie des déchets, des micro-organismes acétogènes utilisent les AGV et les alcools produits précédemment pour former de l'acide acétique, de l'hydrogène et du dioxyde de carbone. Il est souvent difficile de pouvoir distinguer une phase d'acétogénèse seule. Cette phase se confond alors avec l'acidogénèse [19].



Trois types de micro-organismes acétogènes sont connus [22] :

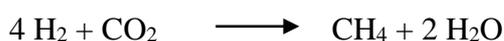
- Les homo-acétogènes qui produisent essentiellement de l'acétate à partir du CO₂ et du H₂ ;
- Les hétéro-acétogènes qui, à partir de substrats organiques, libèrent dans le milieu du butyrate et du caproate en plus de l'acétate ;
- Les formes mixotrophes qui utilisent à la fois le CO₂, le H₂ et les substrats organiques

La croissance des bactéries acétogènes nécessite une très basse pression partielle en H₂ (<10⁻⁴ atm) pour rendre la production d'acétate thermodynamiquement possible [23]. Il faut donc une syntrophie très étroite entre les bactéries acétogènes, qui produisent de l'hydrogène, et les micro-organismes capables de consommer l'hydrogène produit (méthanogènes, sulfato-réducteurs, homoacétogènes). Cette phase est une étape clé de la digestion anaérobie. Tout dysfonctionnement à ce niveau risque de se traduire par une accumulation d'hydrogène et d'AGV associée à une baisse importante du pH, le tout entraînant une inhibition de l'étape suivante de méthanogénèse. Plus récemment l'importance de la réaction d'oxydation anaérobie de l'acétate en hydrogène et CO₂, qui constitue la réaction inverse de l'homoacétogénèse a également été réévaluée. Elle pourrait dans certains cas constituer une réaction dominante dans les écosystèmes de digestion anaérobie [24], [25].

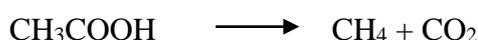
I.1.2.4 La méthanogénèse :

Cette phase se déroule en anaérobiose strict. En effet, le potentiel d'oxydo-réduction du milieu doit être inférieur à -300 mV, par rapport à l'électrode normale à hydrogène, pour que la population des micro-organismes méthanogènes, appartenant au groupe phylogénique des archaea, puisse se développer. Il existe trois types de micro-organismes méthanogènes :

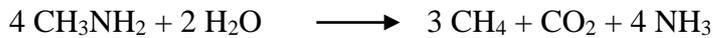
- Les hydrogénophiles qui transforment l'hydrogène et le dioxyde de carbone en méthane. La totalité des méthanogènes appartenant aux ordres de Methano-microbiales, Methanobacterales, Methanococcales, Methanopyrales sont capables de catalyser cette réaction. Au sein du cinquième ordre des Methanosarcinales, seul le genre Methanosaeta n'est pas capable de catalyser cette réaction.



- Les acétoclastes qui transforment l'acide acétique en méthane et en dioxyde de carbone. Les méthanogènes capables de réaliser cette réaction appartiennent exclusivement à l'ordre des Methanosarcinales :



- Les méthylothropes qui transforment le méthanol ou le méthylamine en méthane et en dioxyde de carbone appartiennent exclusivement à l'ordre des Methanosacrinales, selon la réaction :



En général, 70% du méthane est issu de la conversion de l'acétate. Tous les processus microbiens aboutissant à la production de méthane ne permettent pas de libérer la même quantité d'énergie, ce qui rend certaines réactions plus favorables que d'autres dans certaines conditions environnementales [23].

La consommation des AGV entraîne une augmentation du pH vers une plage de valeurs qui stimule la méthanogenèse. Cette remontée du pH peut entraîner la précipitation d'éléments inorganiques. La concentration en matière organique présente dans les lixiviats diminue, ce qui se traduit par une baisse de la DBO et de la DCO [19].

I.1.3 Les paramètres physico-chimiques de la digestion anaérobie :

La digestion anaérobie doit se dérouler dans des conditions environnementales maîtrisées. Un certain nombre de paramètres doivent faire l'objet d'un suivi régulier pour s'assurer du bon fonctionnement du procédé.

I.1.3.1 pH :

Le pH est un paramètre essentiel car l'écosystème de la digestion anaérobie, en particulier les organismes méthanogènes, sont sensibles aux variations de pH. Celui-ci a également un effet indirect sur le fonctionnement du système par la modification des équilibres chimiques des acides et bases faibles, notamment les acides gras volatils, le sulfure d'hydrogène et l'ammonium dont les formes non ionisées peuvent inhiber la méthanisation. Il est donc important de suivre le pH et si nécessaire de l'ajuster ou de le réguler automatiquement dans le digesteur. 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 [26]. Un élément important pour le maintien du pH est l'alcalinité du digesteur.

I.1.3.2 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 [19].

I.1.3.3 Alcalinité :

L'alcalinité mesure le pouvoir tampon dans le digesteur et donc sa capacité à maintenir un pH stable. En digestion anaérobie, l'alcalinité dépend principalement de la concentration en bicarbonate HCO_3^- , en AGV et parfois en ammonium NH_4^+ lorsque l'effluent à traiter est riche en azote (car l'azote sera réduit en ammonium qui est un acide faible). Dans tous les cas c'est le bicarbonate qui assure la plus grande part de l'alcalinité. Sa concentration est liée à la mesure de l'alcalinité partielle. 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 [27]. 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.

I.1.3.4 Acides gras volatils AGV :

Les AGV sont les intermédiaires les plus importants de la digestion anaérobie. Ils sont produits au cours de l'acidogenèse pour être ensuite convertis soit directement en méthane dans le cas de l'acétate, soit en acétate et hydrogène au cours de l'acétogenèse des autres AGV. Leur accumulation dans le digesteur traduit un dysfonctionnement de la méthanisation qui s'accompagne d'une baisse du pH et d'une augmentation de la concentration en hydrogène pouvant mener à une inhibition du processus. 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 [28].

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 [27]-[29].

I.1.3.5 Agitation :

L'agitation permet d'homogénéiser les conditions du milieu. C'est un moyen de maîtriser le transfert des matières et d'éviter la formation non contrôlée des volumes morts et de courts-circuits à l'intérieur du réacteur. Elle permet une multiplication des contacts entre les substrats à digérer et la flore fixée. Elle évite enfin les sédimentations incontrôlées responsables de la diminution du volume utile des réacteurs [30].

L'agitation peut être assurée par:

- brassage mécanique à l'aide d'un dispositif immergé tournant lentement (20 à 50 tr/min) tels que vis tubée ou hélicomélangeur.
- brassage hydraulique à l'aide de pompes adaptées (cas des déchets boueux).
- brassage par injection de biogaz comprimé à la base du digesteur avec effet air lift (ce système est cependant sensible au phénomène de moussage et doit plutôt être réservé aux digesteurs présentant un ciel gazeux suffisamment haut).

Il n'est pas nécessaire de maintenir une agitation en permanence. En général, on fait fonctionner le système d'agitation de façon périodique (par exemple, 15 min toutes les 2 h) et un peu avant et après l'alimentation pour les systèmes semi-continus [31].

I.1.3.6 La matière sèche :

a) Matière sèche <15% : procédés à voie humide :

On retrouve les procédés à voie humide pour les effluents dits liquides (boues, lisiers, lactosérum...). Ils peuvent être utilisés pour les déchets solides, lesquels nécessitent alors une dilution.

b) Matière sèche 15 à 40 % : procédés à voie sèche :

Les procédés à voie sèche ont surtout été développés pour traiter les déchets solides. Ces procédés nécessitent un volume moindre (substrat concentré) mais une bonne maîtrise de la circulation de la matière (pompage et brassage). Le **tableau I.1** illustre les principales différences entre méthanisation par voie sèche et humide.

La matière sèche (MS) représente l'ensemble des matières organiques et minérales en suspension, ainsi que les sels dissous. La matière volatile (MV) correspond à la fraction biodégradable de la matière sèche, laquelle est transformée en méthane et en gaz carbonique. Elle donne une évaluation approchée de la matière organique. Le taux de matière volatile contenue dans les boues est exprimé en % de la MS. Les matières volatiles représentent en moyenne 70 à 80 % de la matière sèche pour des boues primaires fraîches et 50 % de la matière sèche pour des boues digérées [33].

Tableau I.1 - Différences entre méthanisation par voie sèche et humide [32].

	Méthanisation par voie humide (<15% MS)	Méthanisation par voie sèche (15 à 40 % MS)
Avantages	<ul style="list-style-type: none"> - Bonne homogénéisation du substrat - Optimisation du transfert de matière et de chaleur. - Amélioration de la production de biogas 	<ul style="list-style-type: none"> - Flux de matière limité - Taille réduite du méthaniseur - Taux de matière sèche équivalent à celui des déchets entrants
Inconvénients	<ul style="list-style-type: none"> - Flux de matière élevé (car dilution) - Coût de déshydratation du digestat - Production forte de jus et de lixivitas et important volume des réacteurs 	<ul style="list-style-type: none"> - Conditions moins favorables des transferts de matière et de chaleur

I.1.3.7 La demande chimique en oxygène :

La demande chimique en oxygène (DCO) exprimée en mg/L, est une mesure indirecte de la concentration en matière organique. Cette mesure réalisée sur l'effluent et à la sortie des digesteurs permet de calculer le taux d'abattement de la DCO. La digestion anaérobie est intéressante pour traiter les effluents dont la DCO est supérieures à 2 000 mg/L, car, l'énergie obtenue grâce au méthane produit permet de chauffer les digesteurs. Par contre, dans les pays les plus chauds, où il n'est pas nécessaire de chauffer les digesteurs, il est possible de traiter des effluents plus dilués dont la DCO est inférieure à 2 000 mg/L [26].

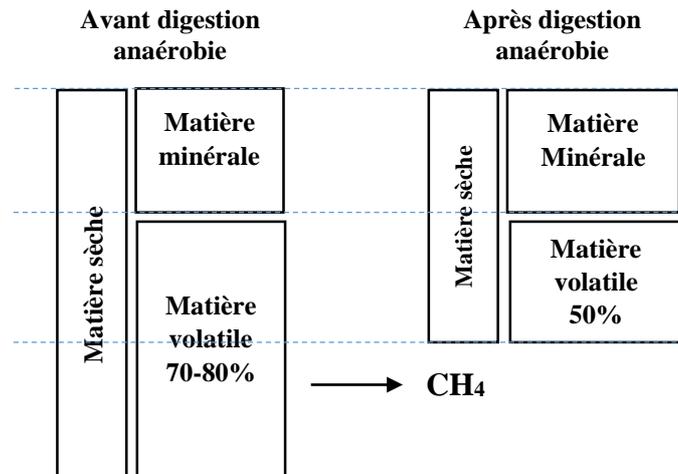


Figure I.1 - Dégradation de la matière sèche au cours de la digestion anaérobie [33].

I.1.3.8 Le potentiel méthanogène :

Le potentiel méthanogène est le volume, ou la quantité de biogaz produit par tonne de matière volatile sèche digérée des déchets au cours de leur méthanisation. Cependant le potentiel méthanogène des co-produits dépend de leurs teneurs en matières sèches et en matières volatiles [34]. Le potentiel méthanogène, souvent dit BMP (biochemical methane potential), correspond à la quantité maximale de méthane produite par un substrat organique lors de sa biodégradation en condition anaérobie durant le processus de méthanisation. Ce volume de méthane, rapporté à la quantité de substrat frais, sec ou volatil est généralement exprimé dans les conditions normales de température et de pression (0°C, 1013 hPa). C'est un indicateur également utilisé pour dimensionner des unités de méthanisation, doser les intrants et contrôler leur qualité [35]. Cette mesure peut être réalisée pour tout type de biomasse : effluents d'élevages (lisiers, fientes, fumiers...), déchets agroalimentaires (résidus lignocellulosiques, graisses, boues ...), déchets de collectivités (biodéchets, boues de STEP...), cultures énergétiques (plante entière, ensilage, paille...) ainsi que tout autre résidu ou produit organique [36].

I.1.3.9 Facteurs d'intoxication :

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.

a) Intoxication aux AGV (acidose) :

L'acidose provoque une accumulation d'AGV dans le milieu, ce qui engendre une baisse du pH qui inhibe l'activité des bactéries et entraîne une baisse de production du biogaz. Elle peut être provoquée par une trop grande quantité de matières fermentescibles introduites dans le digesteur (certaines matières entrantes sont plus rapidement hydrolysées que d'autres comme les matières riches en glucides et lipides (graisses, effluents agroindustriels, etc.); ou une inhibition des bactéries acétogènes et méthanogènes par différentes substances : H_2S , NH_3 , sels, antibiotiques et désinfectants. Les symptômes d'une acidose sont :

- L'augmentation de la pression partielle en H_2 ;
- La baisse de l'alcalinité ;
- L'accumulation des acides gras volatils et modification de la proportion entre acides (diminution de la présence d'acide acétique et augmentation des acides propionique, butyrique et valérique). L'acide propionique est le premier à s'accumuler donc le meilleur indicateur.
- La baisse de la production de biogaz ; baisse du CH_4 dans le rapport CH_4/CO_2 ; et le déplacement de l' H_2S vers la phase gazeuse.

Lors d'une acidose, il est nécessaire : (i) de stopper l'apport de substrats puis réévaluer la ration, (ii) de diluer le mélange dans le digesteur avec une matière de type lisier pour augmenter le pouvoir tampon, et (iii) d'ajouter du bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) afin de faire remonter le pH et augmenter le pouvoir tampon [37].

b) Intoxication à l'ammoniac NH_3 (alcalose) :

L'alcalose provient d'un excès d'ammoniac dans le milieu, conséquence d'un apport de substrat trop riche en protéines. L'ammoniac entraîne une augmentation du pH et inhibe les bactéries acidogènes et acétogènes. Les produits d'hydrolyse s'accumulent : acides aminés, acides gras volatils, ..etc. L'alcalose est un processus assez lent et qui ne bloque pas forcément entièrement les réactions et la production de biogaz. Le milieu peut réussir à s'adapter, par contre cela engendre une perte de rendement, tout le potentiel méthanogène des substrats n'est pas exploité.

Cette diminution de performance peut inciter l'exploitant à augmenter les tonnages entrants, au risque de provoquer alors une acidose.

Lors d'une alcalose, il est nécessaire : (i) d'augmenter la concentration en NH_3 dans le digestat, (ii) d'augmenter le pH, (iii) d'augmenter les acides gras mais de longues chaînes, (iv) de baisser la production de biogaz mais stabiliser la proportion CH_4/CO_2 et (v) de produire possible de la mousse [37].

c) Intoxication au dihydrogène de soufre (H_2S) :

Une accumulation de H_2S vient d'un excès de protéines dans la ration. Ce qui inhibe principalement l'acétogénèse et dans une moindre mesure la méthanogénèse. Une intoxication par H_2S peut être repérée par une augmentation des AGV de grande taille, une augmentation de la pression en hydrogène, une baisse de la production de biogaz tout en stabilisant la proportion CH_4/CO_2 et enfin une augmentation de la concentration de H_2S dans le digestat ($> 50 \text{ mg/L}$) et plus de 2 000 ppm dans le biogaz.

Pour réagir face à ce problème, il faut stopper l'apport de substrats riches en protéines et introduire des substrats moins riches en protéines et fortement fermentescibles pour relancer l'activité des bactéries. Et afin de prévenir cette intoxication, il faudrait connaître la concentration en NH_3 de chaque substrat et mesurer si la limite n'est pas atteinte avec l'apport d'un nouveau substrat [37].

I.2 Déchets d'élevage et effluents :

I.2.1 Effluents laitiers :

I.2.1.1 Lactosérum :

Le lactosérum est un sous-produit issu de la fabrication du fromage. En général, il est défini comme la partie du liquide ou du sérum de lait résiduel qui reste après la coagulation du lait et la séparation du caillé. En effet, le lactosérum représente environ entre 85 et 95% du volume du lait et conserve environ 55% des éléments nutritifs du lait [38], [39]. 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 [40]. La **figure I.2** représente l'analyse comparative du lait et de composés du lactosérum.

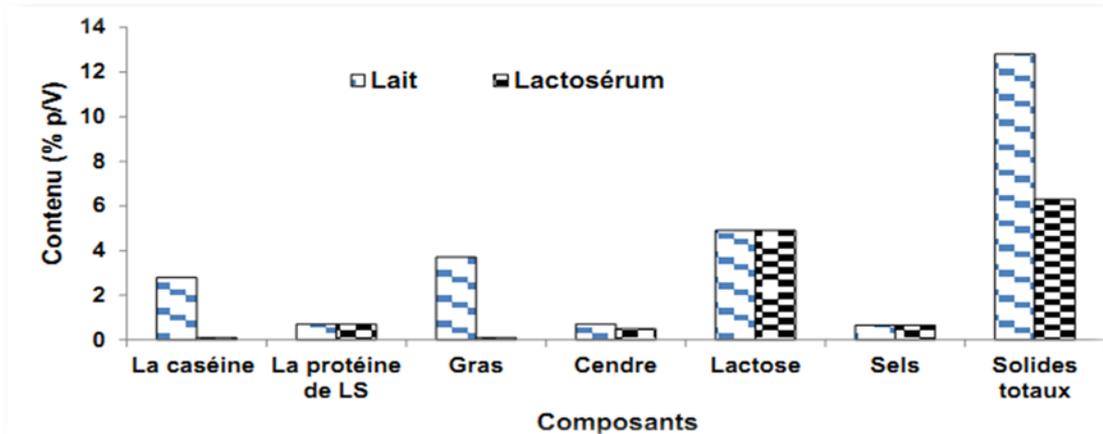


Figure I.2 - Comparaison des composantes du lait de vache et du lactosérum.

I.2.1.2 Types de lactosérum :

On distingue deux types de lactosérum, celui résultant de la coagulation des laits non acides, par la présure, qu'on appelle « lactosérum doux », et celui résultant de la fabrication des fromages à pâtes fraîches, molles ou de la caséine lactique appelé « lactosérum acide » (**tableau I.2**) [41].

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 [42]. 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 [43].

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 [44]. 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 [42].

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 ; 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 [26].

Tableau I.2 - Caractéristiques physico-chimiques du lactosérum [45].

	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 (g/L)	9	7-11	8	4.8- 10.5
Lactose (g/L)	50	40-57	45	38-55
Calcium (g/L)	0,5	0.3-0.9	1	0,3
Phosphore (g/L)	0,4	0.3-0.8	1	4-5
pH	-	5.7-6.5	-	-

I.2.1.3 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 [45].

I.2.1.4 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 32 et 60 g d'O₂/l [46]. 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 [47].

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 145 Mt/an [48])aturent 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 [49].

I.2.1.5 Impact des effluents laitiers sur l'environnement :

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) [50].

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 [51].

I.2.1.6 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 [52]. Étant donné que le lactose est le principal composant des matières solides du lactosérum, divers procédés biotechnologiques ont été mis au point pour utiliser le lactosérum comme substrat pour produire des produits industriels importants tels que des enzymes, de la biomasse riche en protéines, de l'éthanol, ou du biogaz [53]. L'utilisation du lactosérum dans la biotechnologie vient de la 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 [54]. Il constitue aussi un ingrédient alimentaire à valeur ajoutée, utilisé dans une vaste gamme d'aliments et de boissons [55]. 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 [56].

I.2.1.7 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 *Kluyveromyces* 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 [57] :



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 [11].

I.2.2 Les déchets d'élevages :

Les effluents d'élevages sont issus des activités d'élevages, 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 [58]. 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.

a) 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.

b) 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.

c) 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) [59].

Les élevages de porcs sont producteurs d'un déchet mixte, mélange d'urines et de fèces : le lisier, qui est produit toute l'année 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.

I.2.3 Les boues de STEP :

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

a) 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 [60].

b) 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 [60].

c) Les boues mixtes :

C'est un mélange des deux types de boues précédentes ($I^{\text{aires}} + II^{\text{aires}}$) [60].

I.3 Potentiel des déchets et effluents :

I.3.1 Les déchets solides et agroindustriels :

Les déchets solides et agroindustriels sont constitués par les sous-produits issus des procédés de fabrication qui ne trouvent pas de débouchés en compostage (légumes, champignons, viticulture, sucreries, etc.) ou en alimentation animale et qui sont très souvent mis en décharge ou incinérés. Leur digestion entraîne une plus-value – production d'énergie et compost – et une réduction des coûts de mise en décharge. En plus, elle peut contribuer à donner aux industries concernées une certaine image environnementale [61].

I.3.2 Les effluents industriels :

Les effluents industriels sont essentiellement constitués d'eaux résiduaire des procédés de fabrication. Leur traitement anaérobie tend à devenir une technique standard et permet de réduire considérablement la taille et le coût des installations classiques de traitement aérobie. Néanmoins, il faut mentionner que la biométhanisation des matières organiques n'est pas aussi complète qu'un traitement aérobie et constitue dans le traitement des eaux résiduaire une étape intermédiaire avant le traitement aérobie ultime. Les secteurs susceptibles d'utiliser la biométhanisation pour le traitement de leurs eaux résiduaire sont cités ci-dessous (**tableau I.3**) avec les quantités respectives [61].

Tableau I.3 - Production spécifique de biogaz pour divers types de déchets [61].

Types de déchets	Production spécifique de biogaz (m ³ /kg M.O)
Déchets ménagers	0.45
Industrie laitière	0.6
Production et transformation de légumes	0.6
Abattoirs	0.45
Transformation viande	0.5
Industrie sucrière	0.65
Production et transformation de fruits	0.55

I.4 La co-méthanisation :

I.4.1 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). Le **tableau I.4**, montre quelques travaux menés dans ce sens.

Tableau I.4 - Différents types de co-produits utilisés dans la co-méthanisation.

Type d'association	Substrats correspondants	Références
Liquide/Solide	Lactosérum /Fumier de volaille	[11], [62]
Liquide/Solide	Lactosérum/Fumier de bovin	[13], [15], [16]
Solide/Solide	Déchets alimentaires/Fumier de bovin	[63]
Liquide/Liquide	Lactosérum/Fraction liquide filtrée de fumier de bovin	[6]

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 [34], [64]. Cette augmentation du 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 englobe le bon fonctionnement du milieu réactionnel (pouvoir alcalin, inhibition, équilibre en ratio C/N, ...). 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 [34], [64].

La méthanisation des substrats riches en protéines comme les lisiers (déchets de fermes), les bio-déchets (déchets municipaux) et les 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 [65]. 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 des 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.

Cette amélioration est due à l'équilibre de nutriments obtenu par l'association de plusieurs co-produits. Ces nutriments quant à eux améliorent le taux en matières organiques du digesteur, et constituent un milieu assez riche pour le développement des bactéries. La co-méthanisation a pour principal objectif de maintenir la stabilité d'un processus et le bon fonctionnement du milieu réactionnel (pouvoir alcalin, inhibition, équilibre en ratio C/N, ajustement de taux de siccité, ...). Cette stabilité est traduite par un bon rendement en méthane du biogaz produit pendant le processus. Cependant, en batch le maintien du pouvoir alcalin du milieu réactionnel n'est obtenu que par ajustement chimique ; soit par ajout de solution acide ou basique selon la valeur du pH.

I.4.2 La co-méthanisation du lactosérum :

Du point de vue valorisation par méthanisation, le lactosérum est un sous-produit riche en éléments nutritifs qui contient environ 55% des nutriments du lait initiaux [66], tel que le lactose, les protéines solubles, les lipides et les sels minéraux [39]. Ce qui fait de lui un excellent substrat pour la production de biogaz. Cependant et d'après les travaux entrepris auparavant, la méthanisation du lactosérum seul connaît une instabilité due principalement à l'acidification du milieu ; ce qui provoque l'inhibition de la flore méthanogène et l'arrêt du processus de méthanisation [9]. Son association donc avec des substrats présentant un pouvoir tampon tels que les boues, les fumiers, ou les résidus de culture pourrait être une alternative pour contourner ce risque d'inhibition [65], d'où l'intérêt de le co-digérer avec d'autres substrats pauvres en éléments nutritives mais présentant un bon pouvoir tampon pour assurer la stabilité du processus, tel que le fumier de bovin, et les boues de STEP (**tableau I.5**).

Plusieurs travaux de recherche ont été faits sur la co-méthanisation du lactosérum avec des fumiers de bovin, de volaille etc. [6], [11], [13], [15], [16].

Le **tableau I.6** montre les résultats de ces travaux antérieurs ainsi que quelques caractéristiques opérationnelles des systèmes utilisés.

Tableau I.5 - Rendement spécifique en méthane de quelques substrats en mono et co-digestion du lactosérum [67].

Mono et co-substrat	Ratio	Rendement Spécifique en Méthane (mL de CH ₄ /g VS ajouté)
Lactosérum	100	423.6
Fumier Liquide : Lactosérum	75 :25	167.7
Fumier : Lactosérum	90 :10	273.6
Fumier Laitier	100	242.7
Fumier : Lactosérum	75 :25	252.4
Fumier Liquide	100	261.3

Tableau I.6 - Caractéristiques opérationnelles de quelques systèmes utilisés pour la co-méthanisation du lactosérum.

Substrat	Fraction du Lactosérum (%)	Température (°C)	Réduction des VS (%)	Temps de séjour (jours)	Production de biogaz (m ³ /jours)	CH ₄ (%)	Références
L+FVD	50	35	NR	18	2.2	NR	[11]
L+FL	50	34	25.1	5	1.5	60	[13]
L+FL	50	34	49.4	10	1.2	60	[13]
L+LB	50	35	NR	42	1.6	55	[15]
L+FB	50	35	NR	25	0.5	60	[16]
L+FLL	85	35	70	15.6	1.6	57	[6]
L+FLL	65	35	59	8.3	2.6	53	[6]

L : Lactosérum, FVD : Fumier de Volaille Dilué, FL : Fumier Laitier, LB : Lisier de Bétail, FB : Fumier de Bovin, FLL : Fumier Laitier Liquide.

Plusieurs travaux de recherche ont porté sur la valorisation du lactosérum issu de l'industrie laitière fromagère ; Ghaly *et al.* [9] ont étudié l'effet du réensemencement et du contrôle de pH sur la performance d'un digesteur anaérobie à deux étages fonctionnant en mésophile et opérant avec le lactosérum acide et les boues de STEP. Il s'est avéré nécessaire de contrôler le pH du digesteur pendant la digestion anaérobie du lactosérum de fromage acide. Sans contrôle du pH, le pH très bas (3.3) a inhibé le processus méthanogène et par conséquent le gaz produit contenait peu ou pas de méthane. L'inhibition du pH des méthanogènes était irréversible et le digesteur n'a

pas récupéré (pas de production de méthane) lorsque le pH a été ramené à 7 (sans réensemencement). Rétablir le pH à 7 sans réensemencement ne fait qu'augmenter la production de gaz ce qui était une fausse indication de récupération car le gaz était principalement du dioxyde de carbone. L'ajout de NaHCO_3 pour atteindre un pH de 7, a entraîné une alcalinité totale (titrée à pH 4.5) de 8230 mg/L en CaCO_3 . Le réensemencement du digesteur et le contrôle du pH ont restauré ses performances ; la production de biogaz est de $1.63 \text{ m}^3/\text{j}$ avec une teneur en méthane de 52 %. Des réductions de 55 % des solides totaux, de 79 % des solides volatils, de 58.6 % de la demande chimique totale en oxygène, de 65.2 % de la demande chimique en oxygène soluble et de 27.1 % de l'azote total de Kjeldahl ont été obtenues lors du réensemencement du digesteur et du contrôle de pH avec du bicarbonate de sodium.

Une étude menée par *Kavacik et al.* [13], montre que le lactosérum a été quantitativement dégradé en biogaz lorsqu'il a été co-digéré avec du fumier dilué sans ajout de produits chimiques. Le fumier avait une teneur élevée en lipides, tandis que le lactosérum avait une teneur élevée en glucides facilement biodégradables. On pourrait en conclure que la co-digestion de ces deux déchets est plus avantageuse que le traitement de chacun séparément. Mais pour atteindre cet objectif, il est utile de faire tourner le processus de co-digestion avec un mélange de lactosérum et de fumier digéré. Dans le cas où la co-digestion fonctionne avec un mélange de lactosérum et de fumier frais, il y a un risque de chute du processus en raison de l'acidification. Les temps de rétention hydraulique (HRT) étaient de 5, 10 et 20 jours dans toutes les expériences. Le rendement en biogaz a diminué avec l'augmentation du HRT pour les concentrations de TS (8 et 10%) et les températures (25 et 34 °C). Les taux de méthane n'ont pas montré de différence significative avec le HRT et la température. Le meilleur rendement en biogaz issu de la co-digestion de lactosérum de fromage avec du fumier à HRT $\frac{1}{4}$ 5 jours, était de $1.510 \text{ m}^3/\text{j}$, avec une teneur en méthane de 60 %. La réduction maximale de DCO de 54 % s'est produite au taux de matière solide optimal de 8 % à 34 °C. Les efficacités maximales d'élimination du TS et du VS étaient de 49.5 % et 49.4 % à un HRT de 10 jours à 34 °C.

Par ailleurs, *Comino et al.* [14], ont étudié le rendement en biogaz de mélanges de lisier de bovin et de lactosérum, les taux de production de méthane, l'efficacité d'élimination de la demande chimique en oxygène et la demande biologique en oxygène à 35°C. Une production de biogaz de 621 L/kg de VS à un temps de rétention hydraulique de 42 jours dans un mélange contenant 50% de lactosérum a été obtenu. La concentration de méthane dans le biogaz était d'environ 55%. Une efficacité d'élimination maximale de la DCO et de la DBO_5 était de 82% et 90%, respectivement. Une augmentation de la production de biogaz maximale de 79% par rapport à la phase de

démarrage a été atteinte. Les résultats de cette étude [14], montrent que la co-digestion d'un volume élevé de lactosérum (jusqu'à 65% en volume) est possible sans l'utilisation de produits chimiques pour la correction du pH.

Bertin et al. [16], ont tenté d'améliorer la co-digestion du lactosérum (CW) et le fumier de bétail (CM) par un processus innovant en deux étapes, basé sur l'acidogénèse et les phases de méthanogénèse, afin d'améliorer les performances du système. L'optimum du ratio CW/CM a été évalué dans des conditions batch. Ensuite, la co-digestion a été mise en œuvre sous le flux continu pour la comparaison des processus à une et deux étapes. Les résultats ont démontré que l'addition du CM dans la co-digestion avec le CW a nettement amélioré le processus anaérobie. Le rendement de méthane le plus haut a été obtenu en co-traitant les deux substrats au ratio égal en utilisant le processus novateur en deux étapes. Le système proposé a atteint la valeur maximale de 258 mL de CH₄/g de VS, qui était plus que deux fois la valeur obtenue par le processus à une étape et 10 % plus haut que la valeur obtenue par le processus en deux étapes [16].

Par ailleurs, *Fernandez et al.* [78], ont travaillé sur la co-digestion du lactosérum avec les boues anaérobies d'une station d'épuration de la ville de Leon (Espagne). Ces boues ont été directement utilisées pour inoculer un réacteur thermophile à 55°C. L'OLR a été progressivement augmenté de 0.8 à 1.5 g DCO/L/j pendant une période d'adaptation de 30 jours. Le réacteur a répondu par une amélioration concomitante de la production de biogaz chaque fois que des incréments de charge ont été appliqués. Le THS a été réduit avec succès à 8.3 jours et ces conditions opératoires ont été maintenues pendant 4 THS consécutifs. A ce stade, la valeur moyenne de la production de biogaz était de 61.6 ± 1.3 L/j. La teneur en CH₄ dans le biogaz était de l'ordre de 50 à 60 % et la BMP moyen était de 314.5 ± 6.6 L CH₄ / kg / DCO aliment.

Antonelli et al. [17], ont également travaillé sur la digestion anaérobie du lactosérum de fromage en utilisant les eaux usées de porc comme inoculum. La digestion a été réalisée à l'aide de bioréacteurs discontinus d'un volume total de 2.350 mL. Le projet a été réalisé en utilisant deux températures différentes, soient 26°C et 32°C, qui ont entraîné une production de biogaz de 270 et 171 L/kg de VS, respectivement et une réduction de plus de 40 % des solides volatils dans les deux traitements. Les réductions des TS trouvaient sont de 42.84 % et de 49.51 % aux températures utilisées (26°C et 32°C), alors que les réductions des VS sont de 45.76 % et 53.11 %, respectivement.

Par ailleurs, *Maragkaki et al.* [18], ont tenté d'optimiser la production de biogaz avec les boues d'épuration (SS) par co-digestion du lactosérum avec un mélange séché de déchets alimentaires ;

et avec des eaux usées des moulins à huile (FCO). Une série d'expériences de laboratoire ont été réalisées en continu à 37 °C. Les réacteurs ont été alimentés avec des mélanges séchés thermiquement de FCO à des concentrations de 3%, 5% et 7%. Le procédé global a été conçu avec un temps de rétention hydraulique (HRT) de 24 jours. Il a été conclu que l'ajout de FCO peut augmenter les rendements de biogaz si le mélange dépasse une concentration de 3 % (v/v) dans l'alimentation ; et que toute nouvelle augmentation de 5% FCO provoque une petite augmentation de la production de biogaz. Le réacteur traitant les boues d'épuration produit 287 ml CH₄/Lréacteur/j avant l'ajout de FCO et 815 mL CH₄/Lréacteur/j (5% v/v dans l'alimentation). L'extrait de FCO-COD ajouté (7% FCO v/v) à la charge n'a pas eu d'effet négatif sur les performances du réacteur, mais semblait avoir les mêmes résultats. Dans tous les cas, la biodégradabilité estimée des mélanges était supérieure à 80 %, alors que l'élimination de VS était de 22 % pour la production maximale de biométhane (5 % v/v). De plus, la codigestion amélioré la production de biogaz de 1.2 à 2.7 fois.

Escalante et al. [7], avait pour objectif de déterminer les potentiels de précipitation de biométhane et de struvite de lactosérum de quatre PME laitières. Tout d'abord, les changements dans les propriétés du lactosérum (matière organique et pH) ont été évalués. Deuxièmement, les potentiels de biométhane et de struvite ont été évalués en utilisant le lisier de bovin comme inoculum. La matière organique variait de 40 à 65 g VS/kg, 65 à 140 g DCO/L, et 2 à 10 g/L pour les AGV. Le pH des échantillons de lactosérum variait de 3.0 à 6.5. Dans l'analyse de biodégradabilité anaérobie, les rendements en méthane ont atteint 0.51 à 0.60 L CH₄/g VS ajouté et l'élimination de la matière organique dans toutes les expériences était supérieure à 83 %.

Flores et al. [2], ont présenté deux approches pour le suivi indirect de la digestion anaérobie des eaux usées de lactosérum de fromage. Les tests expérimentaux ont été effectués en utilisant du lactosérum de fromage cru comme substrat. Le lactosérum n'a pas reçu de prétraitement ; de plus, pour éviter l'acidification ou la modification de la composition chimique, il a été stocké à 4°C pendant 12 h maximum avant son utilisation. La boue utilisée comme inoculum a été conditionnée dans un digesteur anaérobie à l'échelle du laboratoire alimenté avec du lactosérum de fromage cru (taux de charge organique OLR = 3.6 g COD/ L/ j) dans des conditions de 33 °C, pH = 8.0, temps de rétention hydraulique (HRT) = 30 j, et ayant été opéré pendant 365 jours. Le traitement anaérobie du lactosérum cru a été réalisé en double à l'aide d'un réacteur discontinu d'un volume effectif de 5.1 L, opéré à pH initial = 7.5 et dans des conditions mésophiles, en maintenant la température du réacteur à 40 °C en contrôlant la circulation de l'eau de refroidissement . Le système de contrôle du pH n'a été mis en place que pour éviter l'acidification

des système, c'est-à-dire que lorsque le pH est inférieur au pH initial, une solution de NaOH a été ajoutée.

I.5 Les produits de la méthanisation :

Selon l'ADEME [20], la méthanisation est basée sur la dégradation naturelle ou forcée de la matière organique par des micro-organismes en condition anaérobie. La dégradation de cette matière organique permet d'obtenir : un digestat et du biogaz.

I.5.1 Biogaz :

a) Définition du biogaz :

Le biogaz est un mélange gazeux composé d'environ 50 % à 70 % de méthane (CH₄), de 20 % à 50 % de gaz carbonique (CO₂) et de quelques gaz traces (NH₃, N₂, H₂S). Ce biogaz obtenu est considéré comme une source d'énergie renouvelable car il peut être utilisé de diverses manières : sous la forme d'un combustible pour produire de l'électricité et/ou de la chaleur ou être directement injecté dans le réseau de gaz naturel ou sous la forme d'un carburant : le biométhane.

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 (**tableau I.7**). 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 [69].

Tableau I.7 - Composition moyenne du biogaz [70].

Constituant	Concentration (%)
CH ₄	55 à 80
CO ₂	20 à 45
H ₂ S	0 à 1,5
NH ₃	0 à 0,5
H ₂ O	Saturé

b) Propriétés et caractéristiques du biogaz :

Dans les mêmes conditions de température et de pression et à volume égal, le biogaz est plus léger que l'air ; sa densité par rapport à l'air est environ égale à 0.7. Par conséquent, en cas de fuite, le biométhane aura tendance à s'échapper vers le haut contrairement au butane et au propane, ce qui évite les risques d'accidents [71]. A la lumière des valeurs consignées dans le **tableau I.8**, il apparaît clairement que le substrat idéal est constitué par les eaux d'égouts, mais

pour des commodités particulières les bouses de vaches et les fientes de volailles constituent également de bons substrats et particulièrement quand ils sont mélangés.

Tableau I.8 - Rendement de production de biogaz en fonction de la nature du substrat [72].

Déchets	Rendement moyen (L/kg de MS)
Bouses de vaches	200
Crottin de chevaux	200
Fientes de volailles	310
Fumier de moutons	135
Eaux d'égouts	340

La **figure I.3** rapporte le pouvoir méthanogène propre à de nombreux substrats, tels que le fumier de bovin, les fientes de volaille, le lisier bovin....

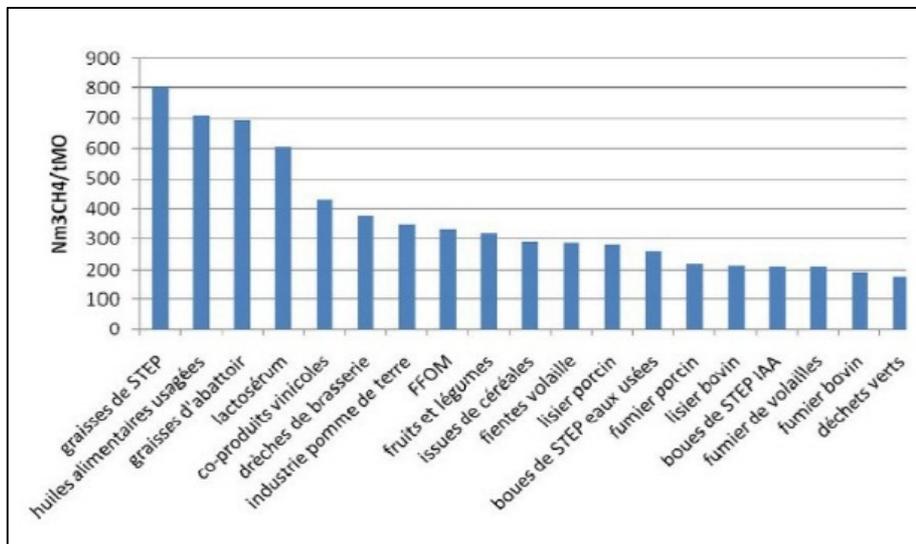


Figure I.3 - Production de biogaz en fonction de la matière organique [73].

c) Valorisation du biogaz :

Plusieurs utilisations sont envisagées pour le biogaz. 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. Dans les petites usines, sa combustion est employée pour le chauffage du système. Dans les usines de plus grande taille, où l'investissement le justifie, la cogénération est beaucoup plus fréquente. Dans ces centres, le biogaz est transformé en électricité et en chaleur, qui sont utilisées pour l'usine et/ou sont commercialisées. Il est important de noter que la chaleur est un sous-produit de la génération d'électricité par les unités génératrices. Par voie de conséquence, la production de ces deux sources d'énergie n'est pas concurrentielle, mais

surtout complémentaire [69].

Pour clôturer, l'autre utilisation importante du biogaz est sa purification et son emploi comme gaz naturel. Pour cela, le CO₂ et les autres gaz contaminants doivent être éliminés afin d'augmenter le taux de méthane du gaz. Le méthane purifié est ensuite comprimé puis inséré dans le réseau de distribution ou employé comme combustible pour les voitures [4]. La valorisation du biogaz a un double effet positif sur l'environnement, en amont en tant que traitement des déchets et effluents organiques, en aval pour réduire le risque climatique global (figure I.4).

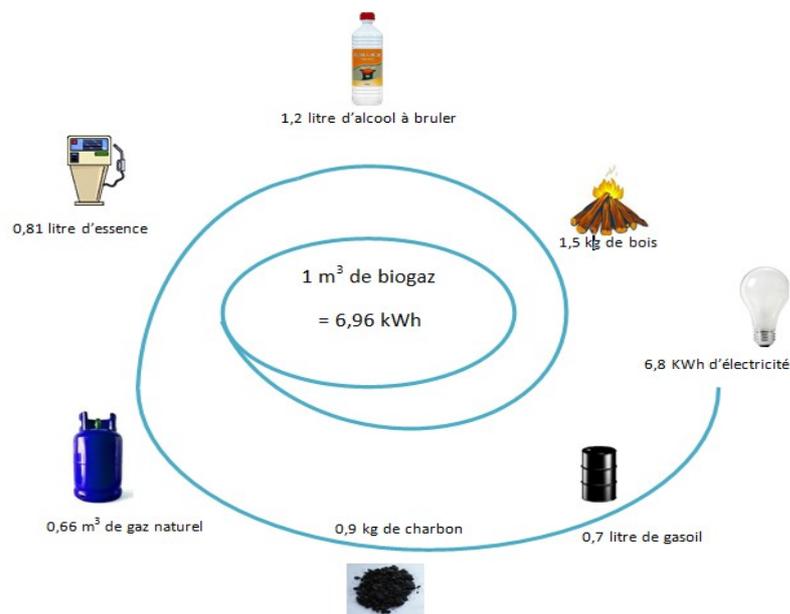


Figure I.4 - Equivalent énergétique d'un mètre cube de biogaz (contenant 70% de méthane et 30 % de gaz carbonique) [74].

I.5.2 Digestat :

Au cours du processus de la digestion anaérobie ou la méthanisation, on obtient des sous-produits tels que le digestat (cas de la méthanisation des co-produits solides), et/ou l'éluat (cas de méthanisation des effluents liquides) qui sont stables au niveau des matières polluantes.

Le digestat est un sous-produit de la digestion anaérobie qui pourrait être réinjecté comme inoculum . Ainsi pendant le processus, le taux en azote contenu dans le substrat est conservé. Le digestat obtenu pourrait être traité par voie anaérobie pour normaliser la teneur en azote et pourrait être utilisé comme amendement pour le sol. D'ou l'intérêt de la co-méthanisation. Une recirculation du digestat ou la fraction liquide du milieu réactionnel pourrait être considérée comme une inoculation dans le cas de la digestion solide ou semi-solide [34].

Chapitre 2

Méthodologie expérimentale

II. Méthodologie expérimentale :

Ce présent travail de recherche a pour principal objectif la valorisation énergétique d'un sous-produit issue de l'industrie laitière « le lactosérum », par co-digestion anaérobie avec différents inoculums, à savoir les boues de vache et les boues de STEP ; Ceci afin de produire un biogaz à pouvoir calorifique. Plusieurs co-digestions anaérobies du lactosérum ont été effectués, avec les boues de vache, et les boues de STEP afin d'obtenir un meilleur rendement méthanogène. Pour mieux contrôler ces co-digestions anaérobies et d'optimiser le processus, différentes méthodes d'analyses ont été utilisées.

II.1 L'effluent et inoculums :

L'activité de la filière laitière génère différents types de déchets et effluents, notamment la bouse de vache issue de l'activité d'élevage bovin, et le lactosérum issue de la filière fromagère.

II.1.1 Le lactosérum :

Le rejet liquide ou effluent étudié : « Le lactosérum de type doux » provient de l'unité de production de lait et de produits laitiers de Boudouaou, sise à Boumerdès. Ce dernier, issu de la fabrication d'un fromage à pâte pressée (type Edam), est très riche en élément nutritifs. Les échantillons ont été prélevés au niveau de la cuve de coagulation, [**Photo 1, Annexe 1**], et mis dans des jerricans en plastique de 2.5 L, et ont été immédiatement conservés au frais à 4 °C jusqu'à analyse et traitement au laboratoire.

II.1.2 Le fumier de bovin :

Le fumier est considéré comme un inoculum du fait qu'il comporte une flore microbienne très riche. Cette flore comporte les micro-organismes qui serviront à la dégradation des nutriments contenus dans le lactosérum, notamment les sucres, les protéines, les éléments minéraux...etc.

Le fumier utilisé dans la présente étude provient d'une ferme d'un particulier qui se trouve dans la commune de Bouzaréah [**Photo 2, Annexe 1**]. Les prélèvements ont été faits sur place et ont été directement acheminés vers le laboratoire de Bioénergies du CDER. Le fumier a été directement pesé et mis dans les digesteurs.

II.1.3 Les boues de STEP :

Les boues utilisées dans cette étude sont des boues digérées, elles sont considérées comme un inoculum. Ces boues utilisées proviennent de la station d'épuration des eaux usées de la

commune de Baraki. Les prélèvements des boues ont été faits sur le digesteur de la station et ont été directement acheminés vers le laboratoire de Bioénergies du CDER [Photo 3, Annexe 1].

II.2 Les dispositifs expérimentaux :

Dans le but de valoriser le lactosérum par digestion anaérobie, nous l'avons co-digéré avec la bouse de vache, et les boues de STEP afin de produire du biogaz. Pour cela, nous avons utilisé différents montages expérimentaux. Ces derniers sont constitués des bioréacteurs de différentes capacités allant de 2 L, 5 L, jusqu'à 50 L.

II.2.1 Dispositif expérimental à bioréacteurs de 2 L :

Le dispositif est constitué des principaux éléments à savoir :

- Deux bioréacteurs dans lesquels se déroule la digestion anaérobie, où les matières organiques fermentescibles sont soumises à l'action des bactéries. Ces bioréacteurs consistent en deux erlenmeyers de 2000 mL de capacité, muni vers le haut d'un système « Entrée/Sortie » (1);
- Deux gazomètres de 250 mL constitués d'une éprouvette graduée munie d'un système « Entrée/Sortie » du biogaz (4) ;
- Collecteurs de gaz : consistent en poches à air étanches de 2000 mL de capacité (5) ;
- Bain thermostaté : Il assure le chauffage des deux digesteurs (3) ;
- Thermorégulateur : Il régule et maintient la température stable à 40°C (2) ;
- Seringues : pour les prélèvements et les ajouts (6).

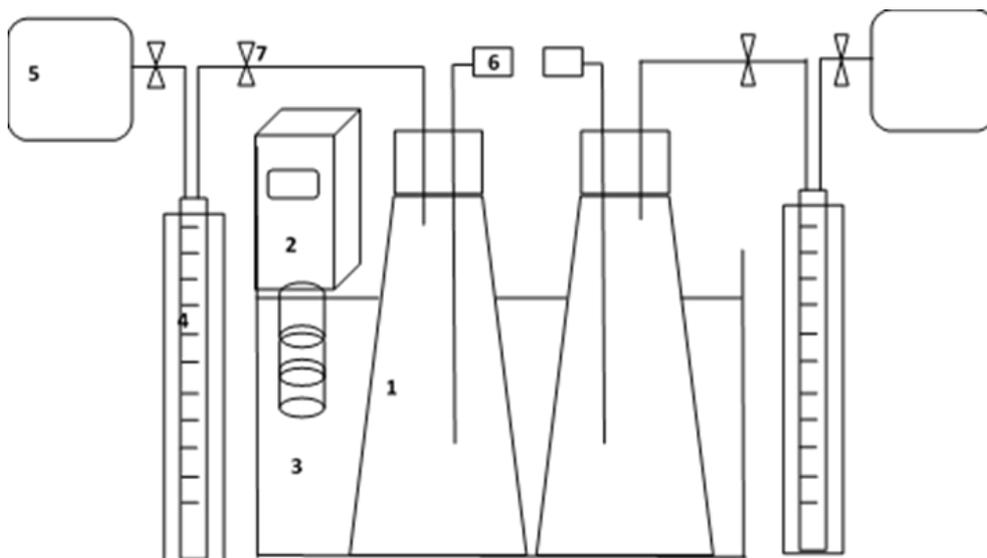


Figure II.1 - Dispositif expérimental de la co-digestion anaérobie du lactosérum et la bouse de vache en discontinu (Laboratoire Bioénergies-CDER).

Les digesteurs sont hermétiquement fermés pour assurer une anaérobiose totale, et éviter une éventuelle fuite des gaz produits, ou introduction d'air (**figure II.1**).

II.2.2 Dispositif expérimental à bioréacteur de 5 L :

Le dispositif est constitué des principaux éléments à savoir :

- Un bioréacteur dans lequel se déroule la digestion anaérobie, où les matières organiques fermentescibles sont soumises à l'action des bactéries. Ce bioréacteur consiste en une cuve cylindrique de 5000 mL de capacité, muni vers le haut d'un système « Entrée/Sortie », pour les prélèvements et ajustements et la sortie du biogaz (1) ;
- Un serpentin pour la circulation de l'eau chaude (3) ;
- Une plaque d'agitation (4) ;
- Un gazomètre de 1000 mL constitué d'une éprouvette graduée munie d'un système « Entrée/Sortie » du biogaz (5) ;
- Collecteur de gaz : consiste en une poche à air étanche de 2000 mL de capacité (6) ;
- Thermorégulateur LAUDA : Il consiste en un bain thermostat ; Il assure le chauffage du bioréacteur, régule et maintient la température stable à 40°C à l'intérieur du bioréacteur (2) ;
- Seringues : pour les prélèvements et les ajouts (7) ;

Le digesteur est hermétiquement fermé pour assurer une anaérobiose totale, et éviter les éventuelles fuites de gaz produits, ou introduction d'air (Figure II.2).

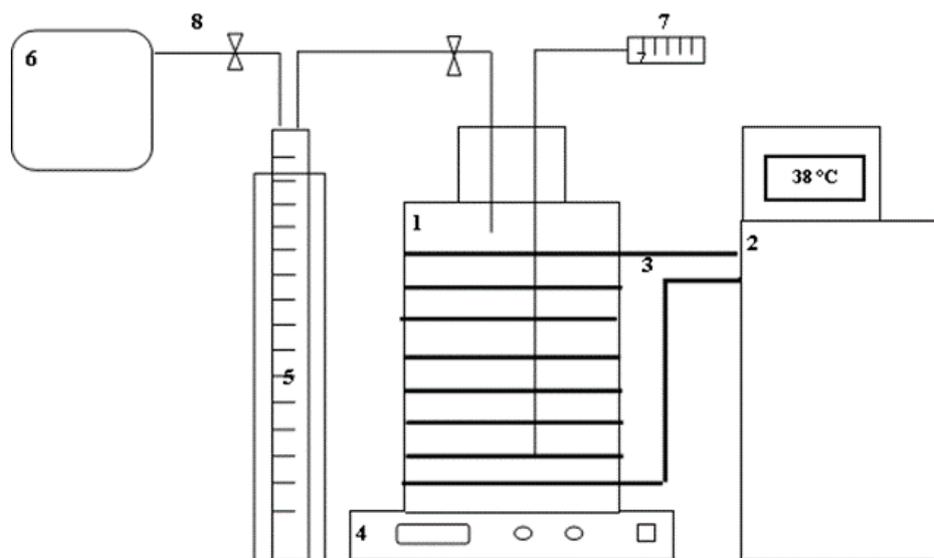


Figure II.2 - Dispositif expérimental de la co-digestion anaérobie du lactosérum et la bouse de vache en discontinu (Laboratoire Bioénergies-CDER).

Ce montage expérimental a servi à la co-digestion anaérobie du lactosérum avec les bouses de vache.

II.2.3 Dispositif expérimental à bioréacteur de 50 L :

Le dispositif expérimental est constitué des principaux éléments suivants :

- Un bioréacteur de 50 litres de capacité dans lequel se déroule la digestion anaérobie où les matières organiques fermentescibles sont soumises à l'action des bactéries (1). Il est muni vers le haut d'un système « Entrée » (2), et par le bas d'un robinet de prélèvement et de vidange (3) ;
- Une résistance (4) ;
- Un système d'agitation (5) ;
- Un capteur de température (6) ;
- Un compteur à gaz de précision à tambour humide Ritter 0.5 L (7) ;
- Un analyseur de biogaz (**Multitec 540 SEWERIN**) (8) ;
- Un capteur de pH ;
- Une armoire électrique et un système d'acquisition des données à plein temps.

Le digesteur est hermétiquement fermé pour assurer une anaérobiose totale, et éviter une éventuelle fuite des gaz produits ou introduction d'air.

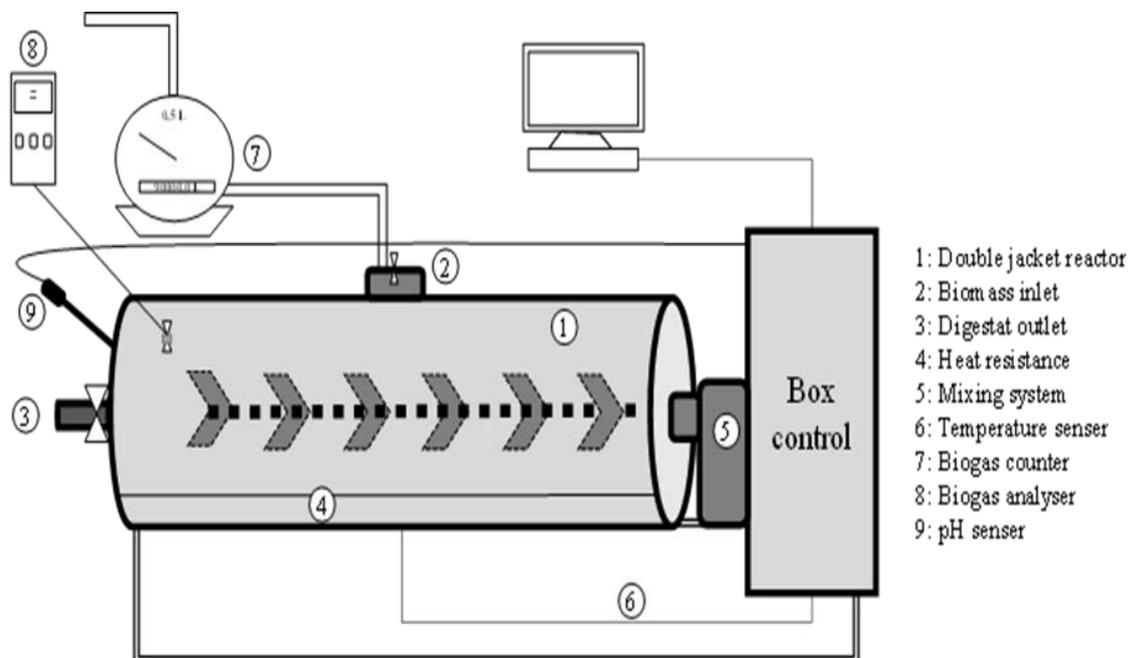


Figure II.3 - Dispositif expérimental de la co-digestion anaérobie du lactosérum et les boues de STEP en discontinu (Laboratoire Bioénergies-CDER).

Ce montage expérimental a servi à la co-digestion anaérobie du lactosérum avec les boues de STEP.

II.3 Le protocole expérimental et fréquence d'analyses :

Nous retrouverons ci-dessous (**figure II.4**), le protocole expérimental suivi pour toutes les co-digestions anaérobies effectuées, notamment : les codigestions anaérobies du lactosérum avec les boues de vaches, et le lactosérum avec les boues de STEP.

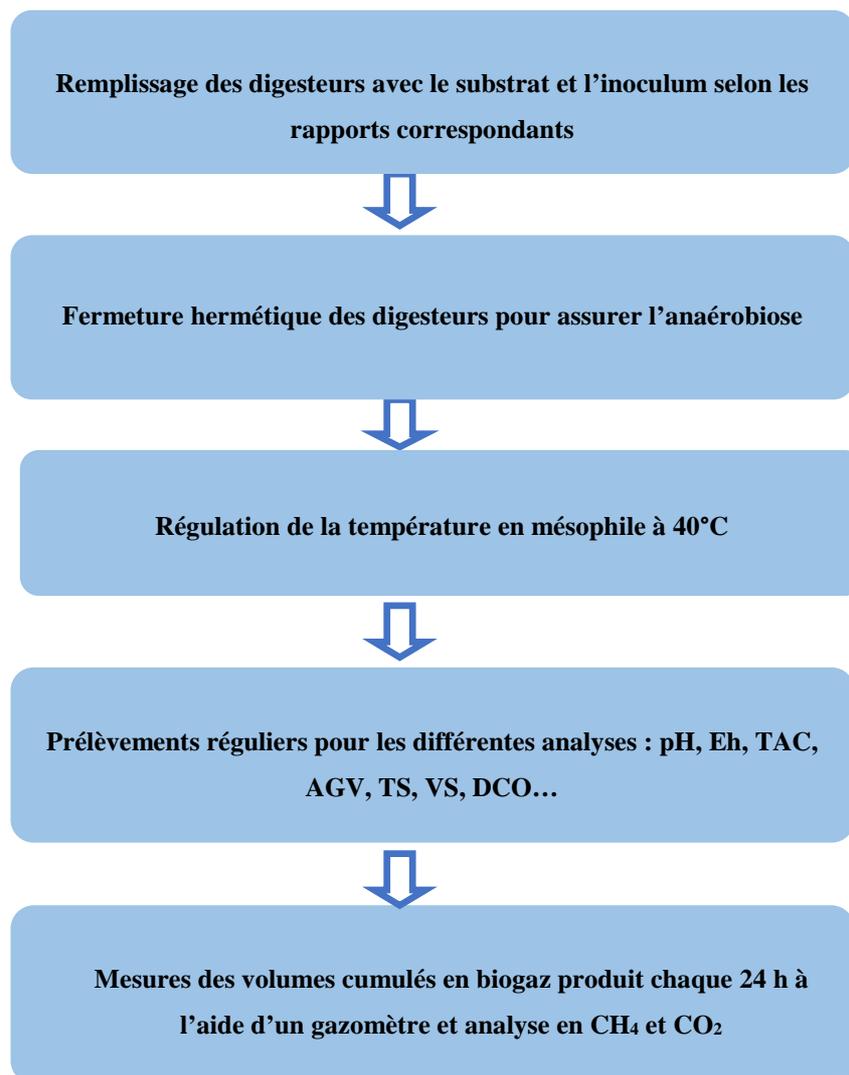


Figure II.4 - Protocole expérimental pour les co-digestions anaérobies du lactosérum avec les boues de vaches, et le lactosérum avec les boues de STEP.

La mesure des paramètres physico-chimiques est nécessaire pour suivre le déroulement du processus de fermentation. Dans le **tableau II.1** nous avons résumé les paramètres, la fréquence du suivi, les appareils ainsi que les normes utilisées.

Tableau II.1 - Paramètres, fréquence de suivi, appareils et normes de l'analyse.

Paramètre	Fréquence de suivi	Appareil	Norme
pH	2 jours	pH mètre	APHA, 1995
Redox	2 jours	Multimètre	APHA, 1995
TAC	3 jours	Titration volumétrique	APHA, 1995
AGV	3 jours	Titration volumétrique	APHA, 1995
DCO	Au démarrage et à la fin du traitement	DCO mètre	MA.315-DCO 1.0
TS		Etuve	APHA, 1995
VS		Four à moufle	APHA, 1995
Biogaz	24h	Gazomètre	-
CH ₄ , CO ₂	24h	Analyseur	-

II.4 Les méthodes d'analyses :

II.4.1 Mesure du potentiel hydrogène (pH) :

Le pH a été mesuré à l'aide d'un pH mètre de type WTW InoLab pH Level 1 [Annexe 3]. La mesure est effectuée selon les méthodes standards pour l'examen de l'eau naturelle et des eaux usées **norme APHA, 1995** [75]. Les mesures ont été effectuées sur les prélèvements.

II.4.2. Détermination de l'alcalinité et de l'acidité volatile

Les mesures de l'alcalinité et des acides gras volatils sont déterminées selon la **norme APHA, 1995** [75], dont le principe est le suivant :

- **Principe :**

Les AGV présents dans le surnageant sont séparés des MES par centrifugation. Le surnageant est dosé par l'acide sulfurique (H₂SO₄) jusqu'à atteindre le pH de 4 : on détermine ainsi le Titre Alcalimétrique Complet. On continue de verser l'acide jusqu'à pH 3,5 afin d'être sûr que tous les carbonates CO₃²⁻ initialement présents soient transformés en H₂CO₃ par l'acide sulfurique. Les H₂CO₃ formés sont ensuite éliminés par ébullition sous forme de CO₂ afin de ne pas interférer avec le dosage suivant. On neutralise enfin les AGV par NaOH (jusqu'à pH 7). Les centrifugations ont été effectuées au moyen d'une centrifugeuse de Type EBA21 Marque HITTICH. La vitesse de centrifugation est de 5000 tr/mn pendant 10 minutes.

- **Protocole expérimental :**

- Prélever 25 mL de digestat,
- 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'H₂SO₄ dans le surnageant jusqu'à pH 4,
- Continuer l'opération jusqu'à pH 3,5,
- Faire bouillir pendant 3 min,
- Verser sous agitation V2 mL de NaOH dans le bêtecher refroidi jusqu'à pH 4,
- Continuer jusqu'à pH 7 : soit V3 le volume final.

- **Formles de calcul :**

$$TAC = \frac{V \times 0.1 \times 1000}{25} = \frac{V}{4} \text{ en } m\acute{e}q/L$$

$$Acidit\acute{e} \text{ volatile} = \frac{(V3 - V2) \times 0,1 \times 1000}{25} \text{ en } m\acute{e}q/L$$

$$TAC = V \times 4 \times 0,05 \text{ en } \frac{g}{L} \text{ de } CaCO_3$$

$$Acidit\acute{e} \text{ volatile} = (V3 - V2) \times 4 \times 0,06 \text{ en } \frac{g}{L} \text{ d'acidegras}$$

Où :

V : volume d'H₂SO₄ versé sur le surnageant ;

V2 : volume de NaOH versé jusqu'à pH 4 ;

V3 : volume de NaOH versé jusqu'à pH 7.

II.4.3 Détermination des matières en suspension et matières volatiles sèches :

Les matières sèches est ce que l'on obtient lorsqu'on retire l'eau des digestats. Ce paramètre renseigne sur la consistance des digestats. La détermination des matières volatiles sèches permet d'évaluer la quantité de matière organique contenue et donc la biodégradabilité de ces digestats et s'exprime en % des MS. Cela permet d'évaluer la stabilité des digestats résultant de la fermentation.

- Principe :

Les différents échantillons sont centrifugés et le culot repris dans de l'eau distillée. Pour la détermination des MS, le culot est d'abord séché à 105°C. La matière sèche est ensuite calcinée à 550°C, ce qui permet de déterminer les matières volatiles sèches.

Les matières en suspension désignent l'ensemble des matières insolubles dans l'eau et les matières volatiles en suspension sont utilisées pour déterminer la part de matière organique présente dans les MES permettant d'estimer la stabilité des boues, c'est à dire leur capacités à ne pas fermenter. Pour la mesure des MES nous avons utilisé une étuve et pour les MVS un four à moufle de Type Heraeus, équipé d'un logiciel pour programmer la température.

Les pesées ont été effectuées à l'aide d'une balance électronique de Marque KERN et Sohn GmbH, avec une précision de 0,0001 mg.

- Protocole expérimental :

- Identifier et mettre les capsules 2h à 105°C,
- Sortir et mettre 15 min au dessiccateur les capsules puis les peser,
- Déposer un volume de boues,
- Peser la capsule pleine,
- Peser la capsule après séjour à 105°C : on obtient la siccité,
- Peser la capsule après séjour à 550°C : on obtient les MVS.

- Formules de calcul :

$$MS(\%) = \frac{M2 - M0}{M1 - M0} \times 100$$

$$MVS(\%) = \frac{(M2 - M0) - (M3 - M0)}{M2 - M0} \times 100$$

Où,

M0 = masse de la capsule vide,

M1 = masse de l'échantillon humide,

M2 = masse de l'échantillon sec,

M3 = masse de l'échantillon calciné.

II.4.4 Demande chimique en oxygène :

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. Ce paramètre donne une estimation de la quantité de polluants présents dans un effluent industriel. La détermination de la DCO est effectuée dans un bloc chauffant selon la méthode de reflux en système fermé suivi d'un dosage par colorimétrie selon la **norme MA. 315 – DCO 1.0 [94]**.

- 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.

- 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 $4\text{ }^\circ\text{C}$. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

- Appareillage

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

- 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 no10294-26-5)
- Biphthalate de potassium, $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (CAS no877-24-7)

❖ **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' 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.

La solution doit être conservée à l'obscurité.

❖ **Solution d'acide sulfurique 9 N**

Diluer 250 ml de H_2SO_4 dans environ 600 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter à 1000 ml avec de l'eau.

❖ **Solution étalon de 10 000 mg/L O_2**

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 O_2 :**

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 O_2 dans environ 80 ml d'eau. Ajouter 0,5 ml de H_2SO_4 9N et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

- **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.
- ♦ 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 $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant une période de 2 heures.
- ♦ Laisser refroidir à la température ambiante.

- **Dosage :**

❖ **Méthode à haut niveau :**

- 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.

- **Calcul et expression des résultats**

Une courbe d'étalonnage a été tracée à partir des mesures d'absorbance et de la concentration des solutions étalons [Annexe 3].

II.4.5 Mesure de la quantité de biogaz :

La mesure du volume journalier du biogaz produit a été effectuée à travers un gazomètre, suivant la méthode de déplacement du liquide. Pour les digesteurs à 2 et 5 L ; nous avons utilisé une éprouvette graduée remplie d'eau. Le biogaz pénètre dans l'éprouvette et par différence de pression l'eau se déplace, et se déverse dans un bécher (**figure II.1 et II.2**). Le volume d'eau mesuré, correspond au volume du biogaz produit. Mais pour ce qui est du digesteur de 50 L, un gazomètre type Ritter 0.5 L [Annexe 4].

II.4.6 Mesure du méthane et du gaz carbonique dans le biogaz :

L'analyse du biogaz produit a été effectuée par un appareil de Type Multitec 540 Marque : SEWERIN [Annexe 4]. Des quantités de biogaz ont été injecté en continu dans l'appareil de mesure, ensuite les valeurs de CH_4 et CO_2 commencent à augmenter graduellement jusqu'à atteindre des valeurs stables. Les taux de CH_4 et CO_2 sont affichés en % [Annexe 4].

Chapitre 3

Résultats &

Discussions

III. Résultats et discussion :

III.1 Co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les bouses de vache avec et sans ajustement chimique du milieu réactionnel :

Dans cette partie de l'étude expérimentale, nous avons effectué deux co-digestions anaérobies du lactosérum avec les bouses de vache avec un ratio de 50 :50, réalisée en mésophile à 40°C et en anaérobiose, dans un bioréacteur anaérobie de 5 litres alimenté en batch. Nous avons mélangé . Les deux co-digestions ont été suivies pendant 24 jours, l'une sans ajustement chimique du milieu réactionnel ; la seconde avec ajustement chimique par ajout de CaCO_3 .

Plusieurs paramètres ont été suivis et contrôlés dans le but de surveiller la stabilité du processus.

III.1.1 Co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les bouses de vache sans ajustement chimique du milieu réactionnel :

III.1.1.1 Contrôle du potentiel hydrogène (pH) :

Les prises de mesure du pH ont été effectuées durant toute la période de la co-digestion. L'ensemble des points de mesure donne la représentation graphique suivante (**figure III.1**).

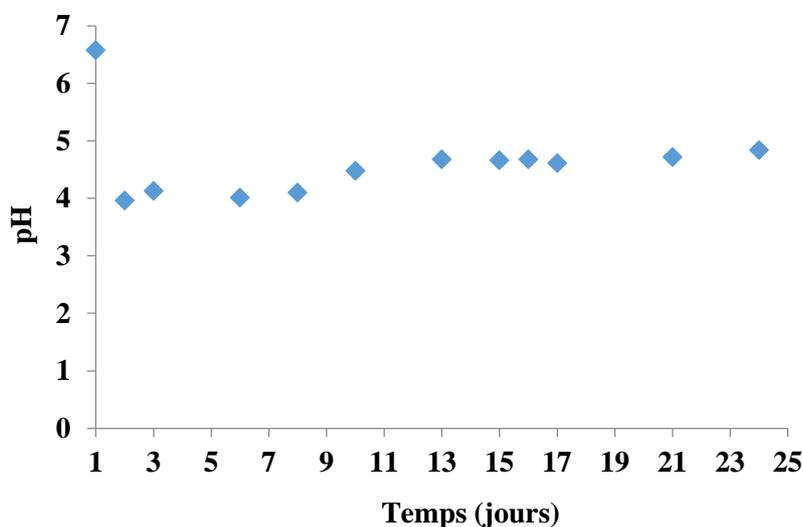


Figure III.1 - Evolution du pH durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.

Le pH au lancement de la digestion était à 6.58, mais on remarque 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. *Ghaly et al.* [9] ont rapporté un pH de 3.3 en phase acide dans une même expérience sans contrôle du pH.

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

III.1.1.2 Suivi du potentiel d'oxydo-réduction :

La variation du potentiel d'oxydo-réduction en fonction du temps est représentée dans la **figure III.2**. 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.

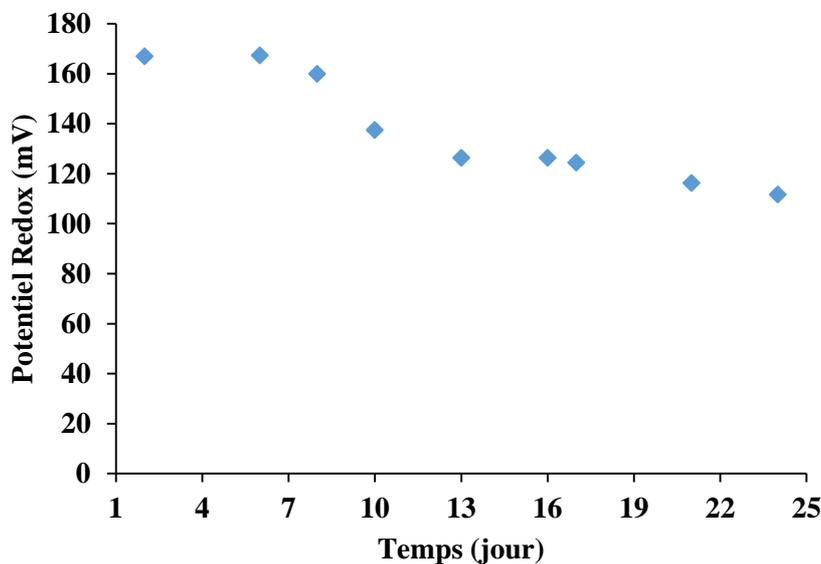


Figure III.2 - Variation du potentiel d'oxydo-réduction durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.

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 [77]. Dans notre cas, on mesure des potentiels redox nettement plus (entre 100 et 160 mV), cela peut être dû à la présence de nitrates dans les bouses de vache.

III.1.1.3 Evolution 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 co-digestion, il est recommandé que l'alcalinité soit comprise entre 1000 et 3000 mg/l de CaCO_3 [26] ; sous ce niveau, une action corrective doit être engagée.

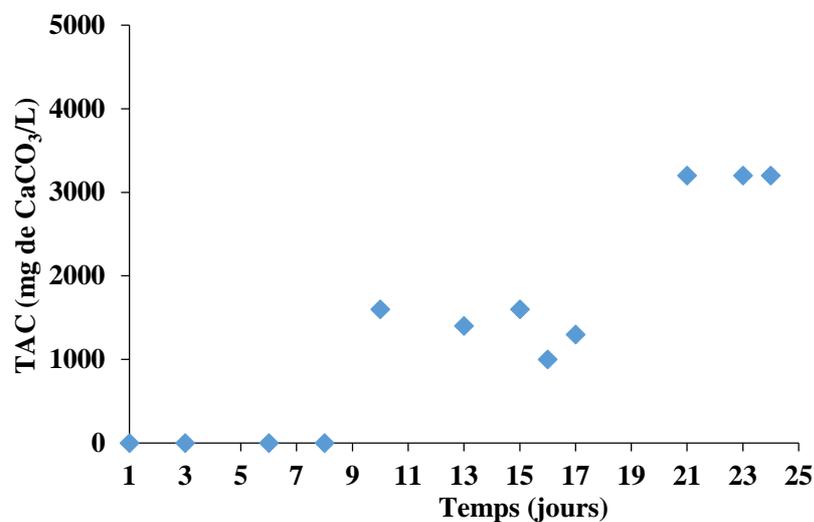


Figure III.3 - Evolution de l'alcalinité durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.

D'après la **figure III.3**, 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, on remarque bien que l'alcalinité augmentait dans le digesteur et variait entre 1000 et 3200 mg de CaCO_3/L .

III.1.1.4 Evolution des acides gras volatils :

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 III.4** montre l'évolution de la concentration des AGV en fonction du temps de digestion. A travers cette courbe, on remarque qu'au cours de la digestion, il y a une forte production des AGV et cela dès le 2^{ème} jour. Au-delà du 2^{ème} jour, 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 [78].

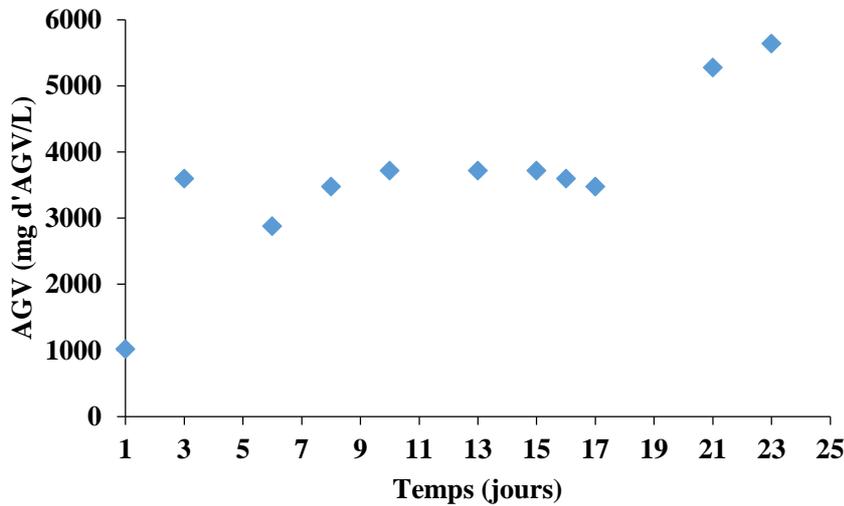


Figure III.4 - Evolution des AGV durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.

La **figure III.5** illustre la relation qui pourrait exister entre le pH et la concentration des AGV dans le milieu au cours de la digestion anaérobie, où on peut noter une allure inversée.

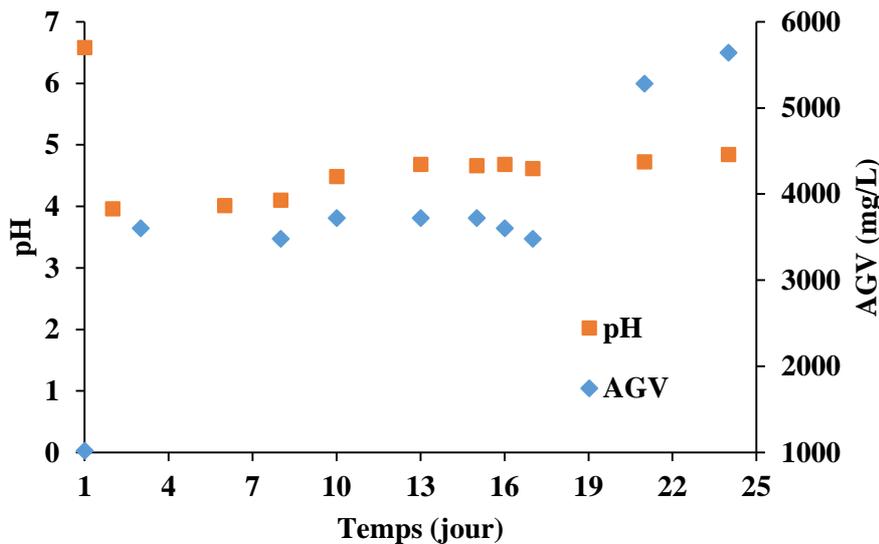


Figure III.5 - Comparaison entre les AGV et le pH durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.

Durant les premiers jours, on remarque 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, on remarque une forte augmentation des AGV dans le milieu pour atteindre un maximum de 5640 mg/L au 24^{ème} jour, ce qui indique un dysfonctionnement de la digestion que nous pouvons confirmer par l'arrêt de la production de biogaz. Une accumulation d'AGV jusqu'à 3700 mg/L a été observée dans des réacteurs acidogènes par *Bertin et al.* [16]. *Chen, et al* on également observé une acidification, due à l'accumulation d'AGV, ayant provoqué l'inhibition de l'activité méthanogène couplée à l'accumulation d'hydrogène dans le biogaz.

III.1.1.5 Suivi et abattement de la DCO :

Le suivi de la demande chimique en oxygène au cours du temps est illustré par la Figure III.6. De cet histogramme, il est mis en évidence que la concentration de la DCO à l'entrée du digesteur est de 35 319 mg d'O₂/L.

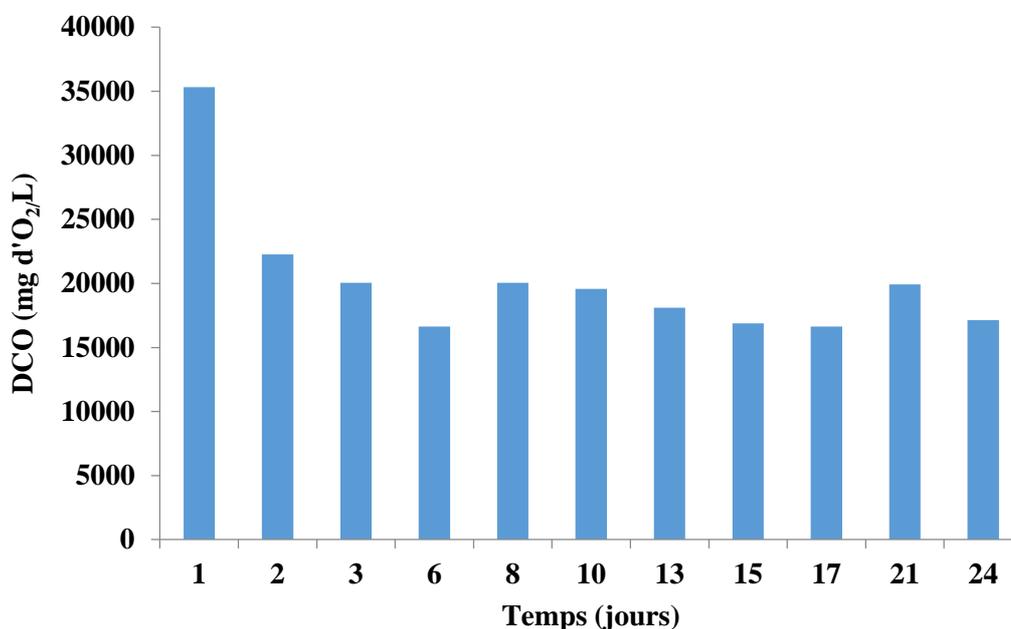


Figure III.6 - Abattement de la DCO au cours de la co-digestion anaérobie du lactosérum et de bouses sans ajustement du pH.

On remarque par la suite 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, on note 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. D'après *Bertin et al.* [16], l'élimination moyenne de la DCO au cours des étapes acidogènes dans deux réacteurs à deux étages s'est avérée être d'environ 30 %. Et d'autre part, une réduction de DCO égale à 62 % a été obtenue par *Comino et al.* [15].

III.1.1.6 Production et composition du biogaz :

Nous entreprenons ici de suivre la production de biogaz sur un digesteur anaérobie contenant le lactosérum et les bouses de vache, en mésophile et sans ajustement chimique du milieu réactionnel. Les **figures III.7 et III.8** représentent respectivement la production journalière de biogaz et la cinétique de production cumulée. La quantité de biogaz produite au cours de cette expérimentation est de 5700 mL (**figure III.7**).

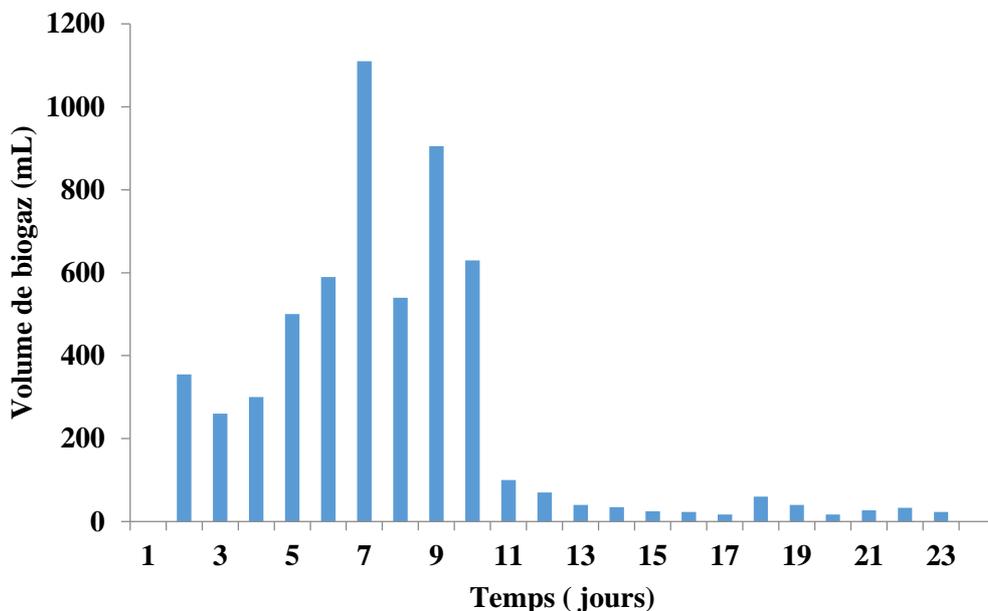


Figure III.7 - Production journalière du biogaz durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.

D'après la **figure III.7**, on constate une production croissante de biogaz du premier au dixième jour de digestion, avec des pics de production au septième et neuvième jour, de 1.1L et 0.9L, respectivement, produisant au total 5.7 L de biogaz pour un volume initial en lactosérum de 3L, ce qui coïncide parfaitement avec la diminution des AGV dans les mêmes jours (**figure III.4**). Après 10 jours de digestion anaérobie, on aperçoit que la production journalière de biogaz a baissé et y restée ainsi jusqu'à la fin de la co-digestion, produisant moins de 500 mL/jour. *Ghaly et al.* ont également enregistré de faibles productions journalières en biogaz, pour une même expérience sans contrôle du pH, entre 8.1 et 9 L/j pour un volume initial en lactosérum de 25L

[9]. Cependant, l'analyse du gaz obtenue ne donnait que de faibles taux de méthane : 7.9, 2.1 et 4.6 % (**tableau III.1**). Par conséquent, le biogaz recueillis est très pauvre en méthane.

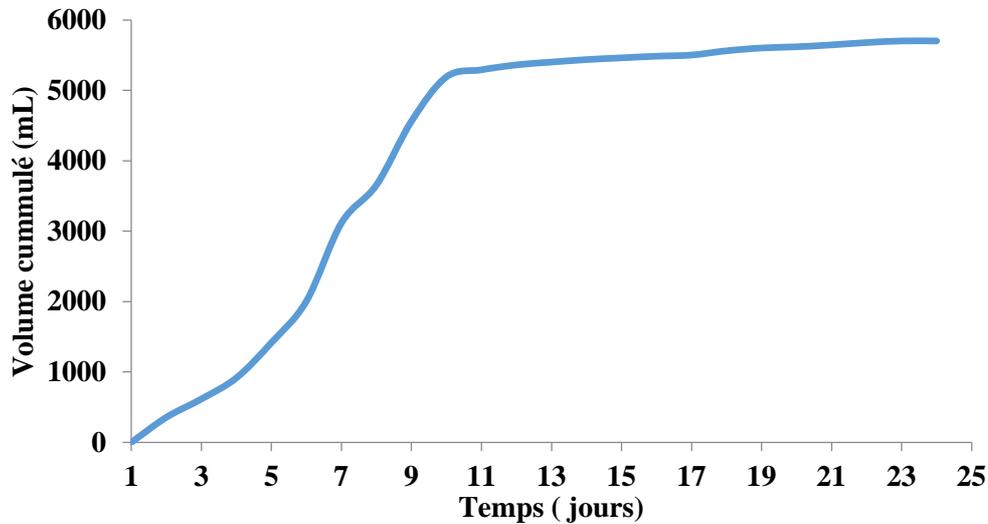


Figure III.8 - Production cumulée du biogaz durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses sans ajustement du pH.

Les faibles proportions de méthane obtenues reflèteraient un dysfonctionnement de la phase méthanogénèse. Il s'agit ici de la flore microbienne, qui transforme les produits de l'acétogénèse en méthane, qui serait inhibée par l'acidité du milieu. Quant à l'arrêt du processus de production de biogaz, il pourrait s'expliquer par l'inhibition des bactéries acétogènes [9].

Tableau III.1- Composition de biogaz durant la co-digestion anérobie du lactosérum avec les bouses de vache sans ajustement du pH.

Jour de l'analyse	Volume du biogaz analysé (mL)	CH ₄ (%)	CO ₂ (%)
6	1600	7.9	34
8	1860	2.1	78
10	1550	4.6	72

III.1.2 Co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les bouses de vache avec ajustement chimique du milieu réactionnel :

Dans cette second partie de l'étude, on a réalisé une co-digestion du lactosérum et les bouses de vache avec des caractéristiques des substrats et des conditions opératoires similaires à la première co-digestion, mais en effectuant, cette fois ci, quelques ajustements du pH du milieu réactionnel, avec du CaCO₃. La co-digestion a été lancée et suivie pendant 24 jours également.

III.1.2.1 Contrôle du potentiel hydrogène (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 III.9** illustre l'évolution du pH durant la seconde co-digestion avec les différents ajustements apportés.

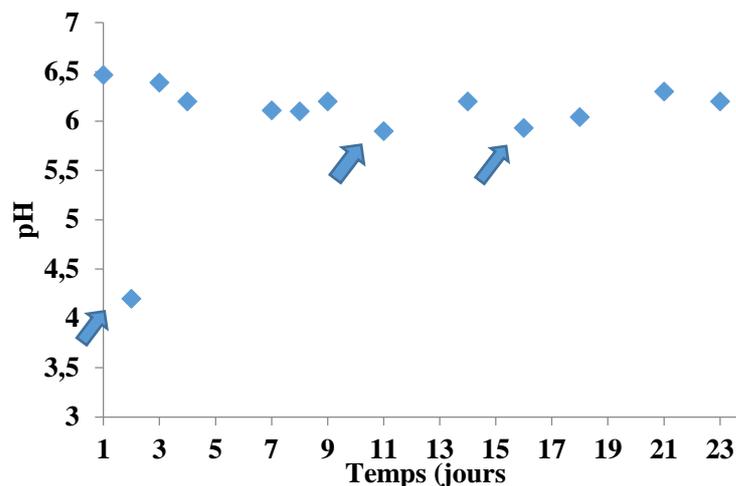


Figure III.9 - Evolution du pH durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.

Au lancement du digesteur, le pH était à 6,5, et comme dans la précédente digestion, il a connu une diminution à 4,2 dès le deuxième jour. Or, cette fois, un ajustement du pH a été effectué avec l'ajout de 180 mL de carbonate de sodium, ce qui a remonté 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, d'autres ajustements ont été effectués lors du 11^{ème} et du 16^{ème} jour de digestion, à des pH de 5,9 et 5,93 respectivement par ajout de 25 mL de carbonate de sodium. Un auto-ajustement du pH a été remarqué par la suite, qui pourrait être dû à la consommation des acides formés par les bactéries acétogènes. Cette phase correspond à l'alcalinisation du milieu et la stabilisation du pH. Comme rapporté par *Comino et al.* [15], avec un pH de 6,9 ; *Bertin et al.* [16], avec un pH de 6,7; *Rico et al.* [6], avec des pH de 6,6 et 6,8 dans des conditions similaires, et bien d'autres auteurs [79], [80].

III.1.2.2 Suivi du potentiel d'oxydo-réduction :

La variation du potentiel d'oxydo-réduction est représentée dans la **figure III.10**. Malgré le fait qu'on mesure des potentiels redox élevés, de 18 mV à 50 mV. Ces derniers restent, relativement,

bas par rapport à la même digestion effectuée sans ajustement de pH. D'autre part, on constate, 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, on note bien qu'après ajustement du pH, au 2^{ème}, 11^{ème} et 16^{ème} jours de digestion, le potentiel se redressait, et prenait des valeurs entre 50 et 60 mV.

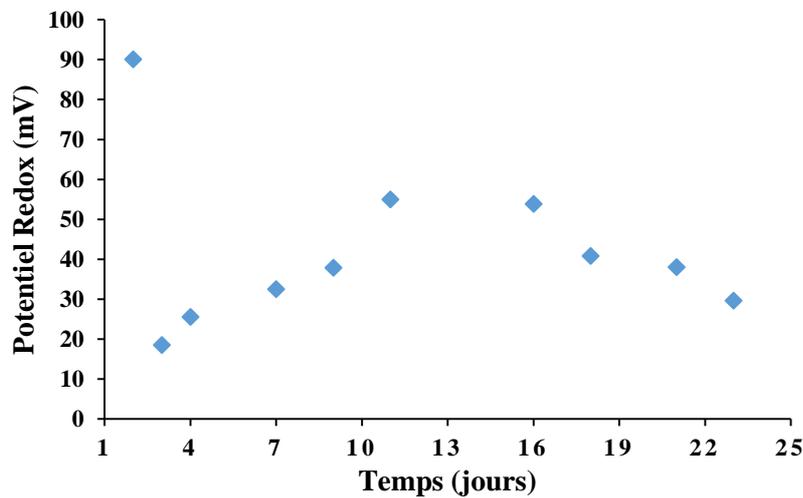


Figure III.10 - Evolution du potentiel redox durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.

III.1.2.3 Evolution de l'alcalinité :

La **figure III.11** représente l'évolution de l'alcalinité en comparaison avec celle du pH du milieu durant la seconde co-digestion.

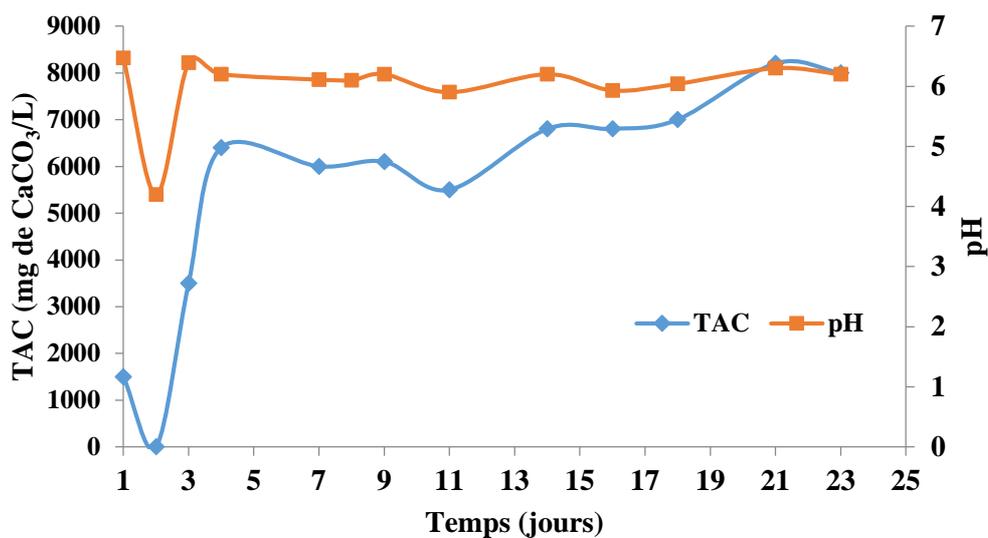


Figure III.11 - Evolution du TAC durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.

D'après cette figure, on remarque une analogie entre les deux courbes. En effet, le titre alcalimétrique complet est de 1500 mg de CaCO_3/L au lancement du digesteur. Et après ajustement du pH, on met en évidence un saut de l'alcalinité à 6000 mg de CaCO_3/L , étant donné qu'on a ajouté près de 180 mL de $\text{Ca}_2\text{CO}_3/\text{L}$ 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 [26]. Cependant, l'alcalinité peut être perturbée par les ajouts de carbonate de sodium lors des ajustements, ce qui explique les grandes valeurs du TAC.

III.1.2.4 Evolution des AGV :

Le profil de l'étude de la concentration des acides gras volatils au cours du temps est donné dans la **figure III.12**. Il ressort de cette courbe que l'évolution des AGV peut être scindée en trois principales phases :

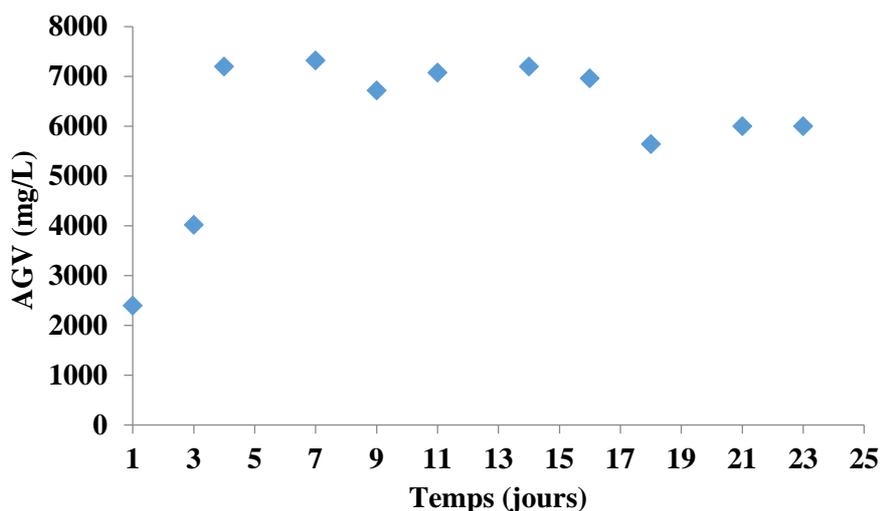


Figure III.12 - Evolution des AGV durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.

- 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. Ce qui 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 biogaz (**figure III.15**).

Par la suite, on remarque 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.

III.1.2.5 Suivi et abattement de la DCO :

Il vient à l'évidence que la concentration de la DCO à l'entrée du digesteur est de 35 182 mg d'O₂/L, tout comme la précédente digestion du lactosérum avec les bouses sans ajustement du pH. D'après l'allure de la courbe, **figure III.13**, représentant la variation de la DCO en fonction du temps de digestion, on remarque une diminution considérable de la DCO dès le deuxième jour de digestion. Ceci est, éventuellement, dû à la fermentation rapide du lactosérum et à la dégradation de la matière organique, comme a été rapporté par *Ghaly et al.* [9], et *Rico et al.* [6].

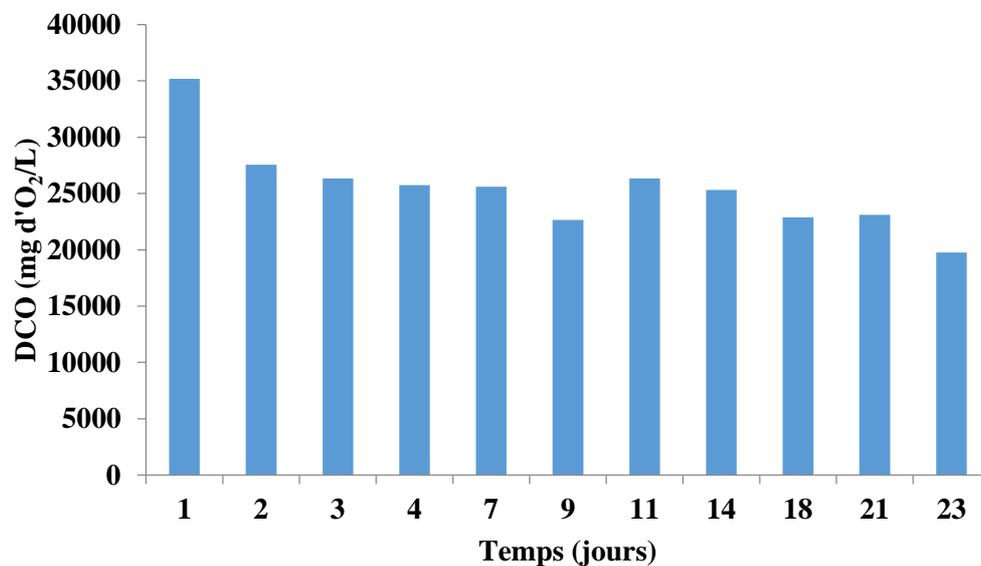


Figure III.13 - Abattement de la DCO durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.

Après le troisième jour de digestion, on note un ralentissement dans la dégradation de la substance organique correspondant ainsi au commencement de la production de biogaz (**figure III.15**). A la fin de cette expérience, on relève un abattement de la DCO de l'ordre de 44 %.

III.1.2.6 Production et composition du biogaz :

Nous entreprenons ici de suivre la production de biogaz sur un digesteur anaérobie contenant le lactosérum et les bouses de vache, en mésophile et avec ajustement chimique du milieu réactionnel. La quantité de biogaz produite au cours de cette expérimentation est de 11 350 mL. Les **figures III.14 et III.15** représentent respectivement la production journalière de biogaz et la cinétique de production cumulée.

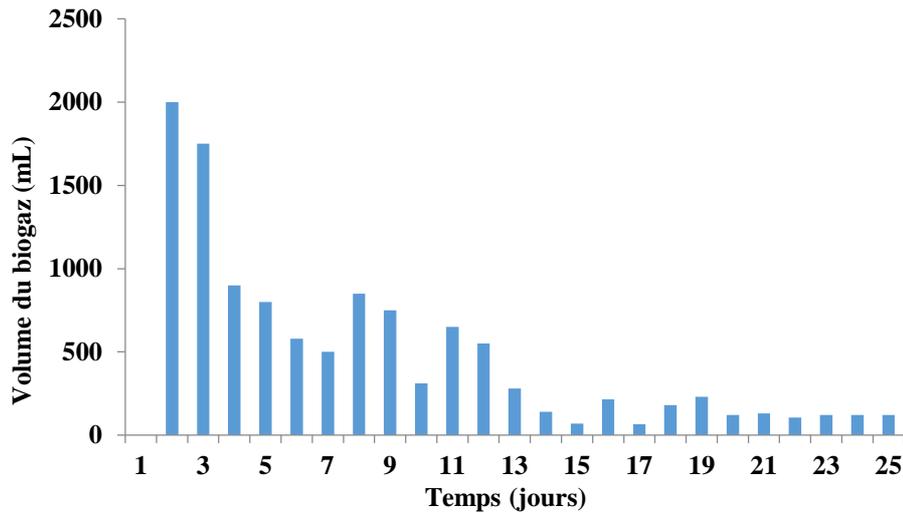


Figure III.14 - Production journalière de biogaz durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.

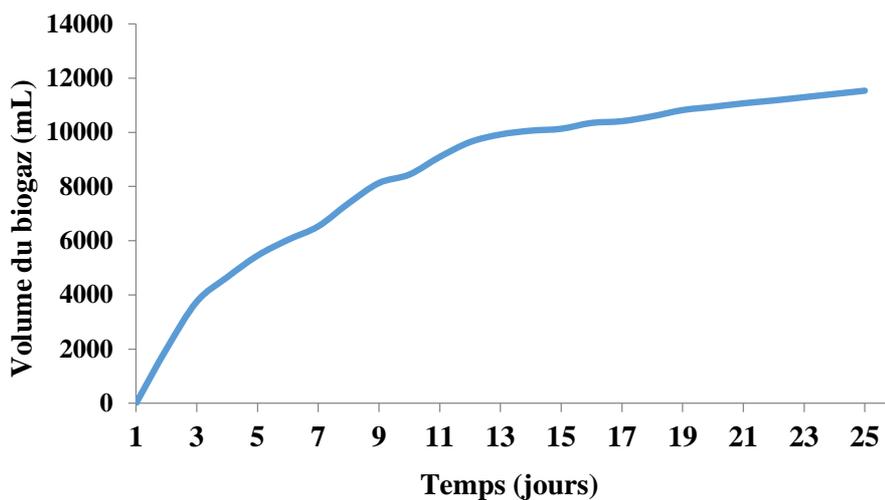


Figure III.15 - Production cumulée de biogaz durant la co-digestion anaérobie du lactosérum et bouses avec ajustement du pH.

Comme pour la précédente digestion, la production de biogaz, dans les trois premiers jours, est très importante, on a 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 (**tableau III.2**). Dans les jours qui suivent, nous remarquons une production, plus ou moins, constante (**figure III.15**), 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 ainsi moins de 2 litres en 10 jours.

On précise 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 2 L (tableau III.2).

Tableau III.2 - Composition du biogaz produit lors de la co-digestion anaérobie du lactosérum avec les bouses de vache avec ajustement du pH.

Jour de l'analyse	Volume du biogaz Analysé (mL)	Composition en CH₄ (%)	Composition en CO₂ (%)
2	2000	3.3	80.0
3	1750	11.1	75.0
7	2000	29.7	63.0
9	1430	48.0	47.0
11	1060	53.9	37.0
14	1480	51.3	20.0
24	1475	45.0	28.0

On note 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.

III.2 Co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les bouses de vache à 7% et 9% de TS :

La production de gaz dans le digesteur peut être fonction du type et de la quantité de co-substrats ajoutés. L'objectif de ce travail est de voir l'effet de la dilution ou de la charge organique sur la digestion anaérobie. Pour cela le présent chapitre, porte d'abord sur la caractérisation physico-chimique des substrats et inoculum utilisés à savoir le lactosérum (L), la bouse de vache (B), le mélange (L+B) à (9% de TS), et le mélange dilué (L+B+E) à (7% de TS). La deuxième partie est consacrée au suivi des digesteurs D1 et D2, contenant 9 % et 7% de TS, respectivement. Les paramètres étudiés sont: le pH, le potentiel redox, l'alcalinité et l'acidité volatile. La dernière partie est réservée à la production quantitative et qualitative du biogaz (production cumulée et analyse en méthane).

III.2.1 Caractérisation physico-chimique du lactosérum et de la bouse de vache :

Avant d'entreprendre les co-digestions anaérobies, nous avons effectué une caractérisation physico-chimique des rejets utilisés, afin de mettre en évidence l'intérêt de la co-digestion.

Tableau III.3 - Caractéristiques physico-chimiques du lactosérum et la bouse de vache.

	Lactosérum	Bouse de vache
pH	6.4	8.1
DCO (g d'O₂/L)	134	17.4
Eh (mV)	23.1	-69.1
AGV (g /L)	37	11
TAC (mg /L)	0	1040
TS (%)	7	16
VS (%)	98,3	86,7

D'après le **tableau III.3**, on constate que le lactosérum est de nature acide avec un pH de 6.4 et d'alcalinité nulle. Alors que la bouse de vache présente un pH basique (8.1) et une alcalinité très élevée. La méthanisation se faisant à des pH voisins de la neutralité d'où l'intérêt de les co-digérer. De plus, la bouse de vache est utilisée comme inoculum, de par sa richesse en flore bactérienne. Plusieurs auteurs [6], [9], [15], [16] ont travaillé sur des lactosérums de pH acides allant de 3 à 6.5. De plus, le lactosérum contient une charge organique très élevée, représentée par une DCO de 134 g d'O₂/L. Ces mêmes auteurs [6], [9], [15], [16] ont travaillé sur des lactosérums de DCO variant de 57.5 à 74.7 g d'O₂/L. D'une autre part, notre lactosérum

présente un taux de VS très élevé (98.3 %). Ce qui fait de lui un substrat très riche, susceptible de donner un très bon potentiel méthanogène. D'après *Escalente et al.* [7], le taux de VS varie de 40 à 65 g/kg et la DCO varie entre 65 et 140 g d'O₂/L. En termes de teneur en AGV dans le lactosérum, nous avons obtenu 37 g/L d'AGV. Des concentrations similaires de 8 à 10 g/L ont été rapportées dans la littérature [7]. La teneur en AGV a confirmé que le lactosérum est un substrat avec une capacité élevée à produire du méthane, mais avec un manque notable d'alcalinité (0 mg/L) qui peut entraîner des problèmes d'acidification pendant le processus de digestion anaérobie [81].

III.2.2 Co-digestion anaérobie du lactosérum avec la bouse de vache et suivi des principaux paramètres :

Cette partie concerne l'étude des deux co-digestions du lactosérum avec la bouse de vache avec et sans dilution. Dans le premier réacteur contenant du lactosérum, avec la bouse de vache, le taux de solides (TS) obtenu est de 9%. Dans le deuxième réacteur contenant du lactosérum, de la bouse de vache, plus de l'eau, le TS est de 7%. Les deux co-digestions en batch ont été lancées dans les mêmes conditions : à une température de 40°C (digestion mésophile) et en anaérobiose, dans deux digesteurs identiques de 2 L.

III.2.3. Caractérisation physico-chimique des substrats

Les caractéristiques physico-chimiques des deux substrats à l'entrée des digesteurs sont données dans le **tableau III.4**.

Tableau III.4 - Caractéristiques physico-chimiques des substrats à l'entrée des digesteurs avec 9% de TS et 7% de TS.

	D1 (9% de TS)	D2 (7% de TS)
pH	6.9	7
DCO (g d'O₂/L)	88	66.4
Eh (mV)	-1.8	-8.7
AGV (g /L)	30	10
TAC (mg /L)	1600	1400
TS (%)	9	7
MVS (%)	87.3	87.1

III.2.4 Suivi des paramètres physico-chimiques dans les digesteurs D1 et D2 :

Afin de mieux contrôler le fonctionnement des deux digesteurs, nous avons suivi quelques paramètres tels que : le pH, le potentiel d'oxydo-réduction (Eh), l'alcalinité, et la concentration en acides gras volatils.

III.2.4.1. Suivi du pH et du potentiel redox (Eh)

• DIGESTEUR D1

La **figure III.16** montre l'évolution du pH et du potentiel redox en fonction du temps de digestion durant toute la période du suivi (100 jours) dans le digesteur D1. Le pH est le principal paramètre de contrôle du processus de méthanisation. Au démarrage, le pH du digesteur D1 pointait à 6.9 et le potentiel redox (Eh) à -1.8 mV. Au bout de 7 jours de digestion, le pH chute jusqu'à 3.9 et le potentiel Eh s'élève jusqu'à 162 mV. Il s'agit de la phase d'hydrolyse et acidogénèse. Le pH acide influe négativement sur la méthanisation. Pour éviter l'inhibition acide des bactéries acétogènes et méthanogènes, on préfère en général travailler, à des pH compris entre 7.5 et 8.0. Afin de corriger le pH, nous avons effectué un ajustement du pH par le carbonate de sodium. Après ajustement, nous remarquons une augmentation de la valeur du pH jusqu'à 7.4 au 14ème jour et une diminution du potentiel jusqu'à -28.8 mV. Ces valeurs correspondent parfaitement à celles données par la littérature ; car selon *Moletta et al.* [26], le pH optimum pour une bonne digestion anaérobie se situe entre 6.5 et 8.5.

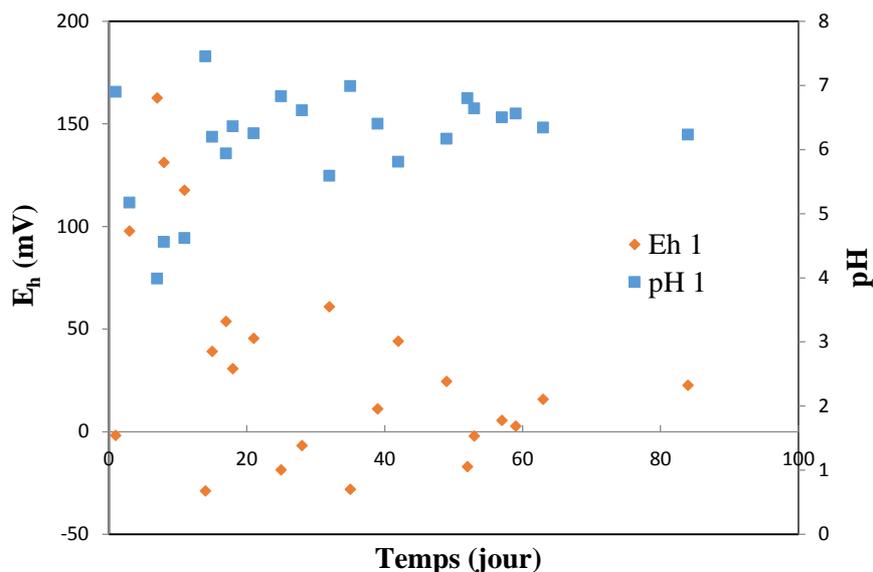


Figure III.16 - Evolution du potentiel redox et pH dans le digesteur D1 à 9% de TS.

Pour ce qui est du potentiel Eh ; d’après la littérature dans un digesteur en pleine activité, on mesure des potentiels redox de -50 mV à 0 mV [77]. Pour favoriser l’activité des bactéries méthanogènes, il est important, d’assurer un potentiel redox et un pH favorables en tout point du digesteur, et ceci par des ajustements de pH réguliers.

• **DIGESTEUR D2**

La **figure III.17** montre l’évolution du pH et du potentiel redox en fonction du temps de digestion durant toute la période du suivi (100 jours) dans le digesteur D2. On constate une évolution contrastée entre le pH et le potentiel redox. Au démarrage de l’étude, le pH du digesteur D2 pointé à 7.03 et le potentiel Eh à -8.7 mV. Il est à relever qu’au bout du 4^{ème} jour le pH chute jusqu’à 4.17 et le potentiel Eh s’élève jusqu’à 154.9 mV. Après ajustement avec le carbonate de sodium, on remarque une augmentation de la valeur du pH jusqu’à 6.8 et une diminution du potentiel à -15.6 mV au bout du 35^{ème} jour. Au vu des résultats obtenus sur les deux digesteurs, on peut conclure que le digesteur D2 (7% de TS) est en meilleur fonctionnement par rapport au premier digesteur D1 (9% de TS). Il fonctionne dans ses conditions optimales grâce à l’ajout de l’eau.

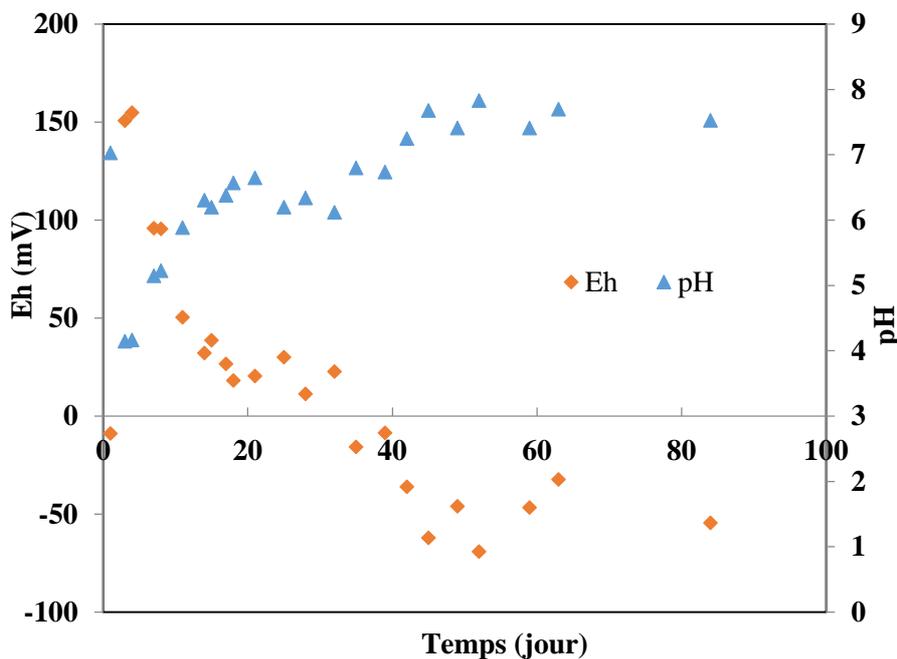


Figure III.17 - Evolution de potentiel redox et pH dans le digesteur D2 à 7% de TS :

III.2.4.2 Suivi des acides gras volatils (AGV) :

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 leur accumulation dans le digesteur.

▪ DIGESTEURS D1 ET D2

La **figure III.18** montre l'évolution de la concentration des acides gras volatils (exprimée en g/L) en fonction du temps de digestion dans les deux digesteurs. Il ressort de cette courbe que l'évolution des AGV dans le digesteur D1, peut être scindée en deux phases :

Phase 1 : Elle est observée durant les 11 premiers jours de digestion, où l'on note une forte production des AGV passant de 30 mg/L au 1^{er} jour jusqu'à 580 mg/L au 11^{ème} jour. Cette phase correspond vraisemblablement à la phase d'hydrolyse et d'acidogènese.

Phase 2 : Durant cette phase, les valeurs des AGV sont restées trop élevées, autour de 580 et 630 avec un maximum de 770 mg/L. Cette accumulation des AGV a due ralentir l'activité des bactéries acétogènes, ce qui se traduit par le ralentissement de la production de biogaz et de CH₄ (**figure III.23**) selon *P. Delfosse* [78].

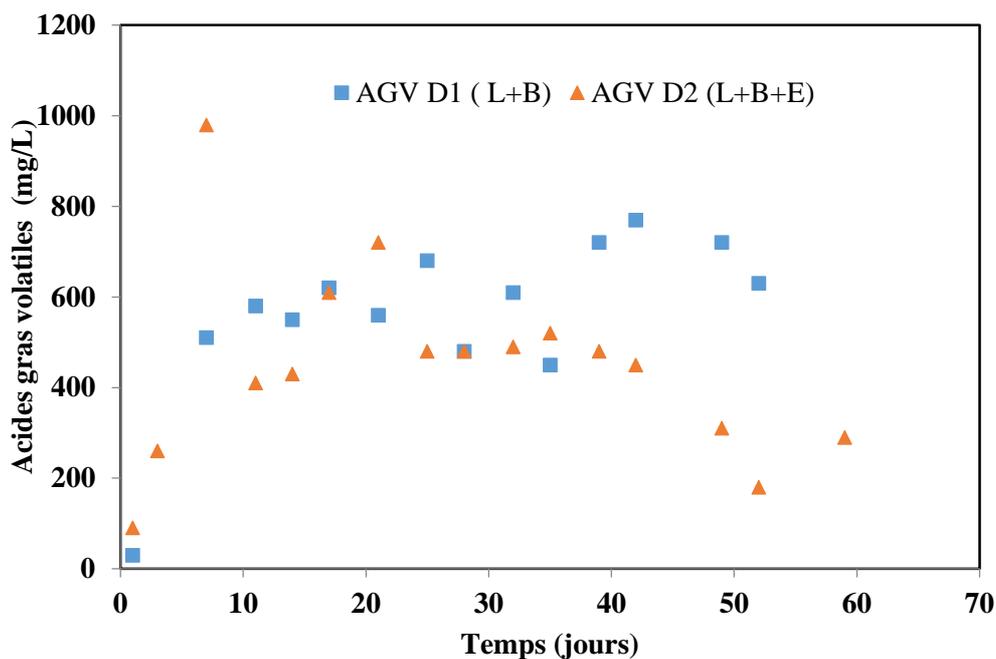


Figure III.18 - Evolution des AGV dans les digesteurs D1 (9% de TS) et D2 (7% de TS).

Alors que l'évolution des AGV dans le digesteur D2, peut être partagée en trois phases :

Phase 1 : Elle est observée durant les 21 premiers jours depuis le lancement de la digestion, où on note une forte production des AGV passant de 90 mg/L au 1^{er} jour jusqu'à 720 mg/L au 21^{ème} jour avec un maximum de 980 mg/L.

Cette phase correspond à la phase d'hydrolyse et acidogénèse.

Phase 2 : Cette phase commence du 25^{ème} jour au 42^{ème} jour où on note une stabilisation des concentrations en AGV autour de 480 et 450 mg/L. Contrairement au digesteur D1, il n'y a pas d'accumulation des AGV car ces derniers ont été converti en acétates, c'est la phase d'acétogénèse.

Phase 3 : Dès le 42^{ème} jour, on note une diminution des concentrations en AGV de 450 jusqu'à 180 g/L. Cette phase correspond au début de la production en méthane (**figure III.24**). C'est la phase de méthanogénèse.

III.2.4.3 Profil de l'alcalinité (TAC) :

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 1000 mg de CaCO₃/L d'alcalinité dans un réacteur qui fonctionne bien [27].

▪ **DIGESTEUR D1**

D'après la **figure III.19**, qui représente l'évolution de l'alcalinité dans le digesteur D1 en fonction du temps, le titre alcalimétrique complet était de 1 600 mg de CaCO₃/L le premier jour du lancement de la digestion. Avec la diminution du pH jusqu'à 3.99, l'alcalinité a baissé jusqu'à 631 mg de CaCO₃/L. Cependant, pour assurer un fonctionnement optimal de la digestion, il est recommandé que l'alcalinité soit comprise entre 1 000 et 3 000 mg/L de CaCO₃ [26], sous ce niveau, une action corrective doit être engagée, d'où l'intérêt des ajustements.

Après ajustement et augmentation du pH, nous voyons bien que l'alcalinité a augmenté aussi jusqu'à atteindre les 12 700 mg de CaCO₃/L au 14^{ème} jour. Ce qui risque d'inhiber le processus de digestion anaérobie. Car, d'après *Grady et al., et Ghaly et al.*, l'utilisation d'une base pour l'ajustement du pH peut entraîner des effets toxiques qui inhibent les micro-organismes, si la concentration est supérieure à 8 000 mg de CaCO₃/L [82], [9].

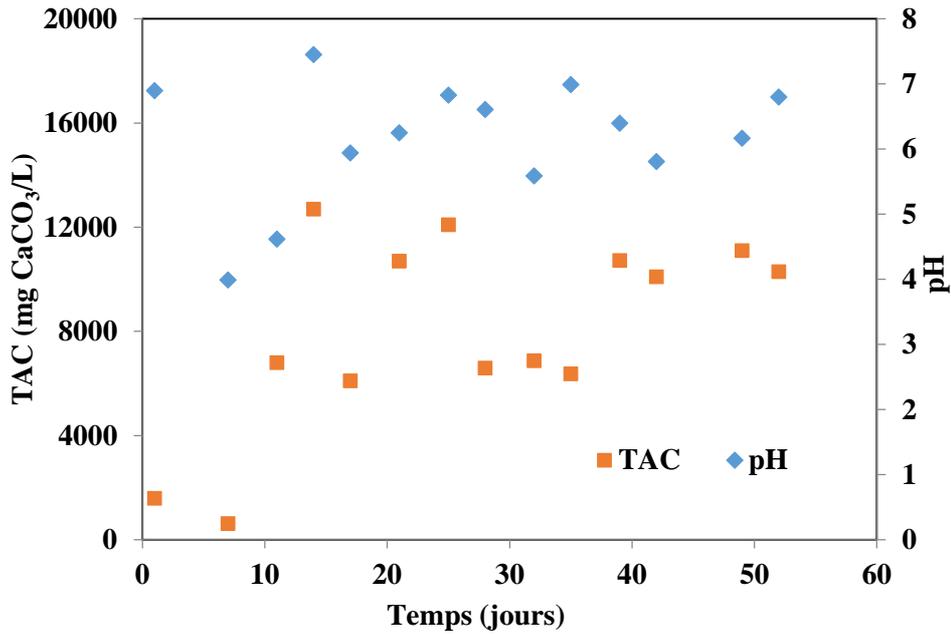


Figure III.19 - Evolution des TAC et pH dans le digesteur D1 à 9% de TS.

▪ **DIGESTEUR D2**

D'après la **figure III.20**, qui illustre l'évolution de l'alcalinité du deuxième digesteur en fonction du temps, le titre alcalimétrique complet est de 1 400 mg de CaCO₃ /L au démarrage. Après ajustement, on aperçoit un saut de valeur jusqu'à 9 100 mg de CaCO₃ /L. L'alcalinité peut être perturbée par les ajouts des carbonates de sodium lors des ajustements, ce qui explique ces grandes valeurs. Avec l'avancement de la digestion anaérobie, les valeurs de l'alcalinité tendent à se stabiliser vers des valeurs inférieures à 8 000 mg de CaCO₃ /L.

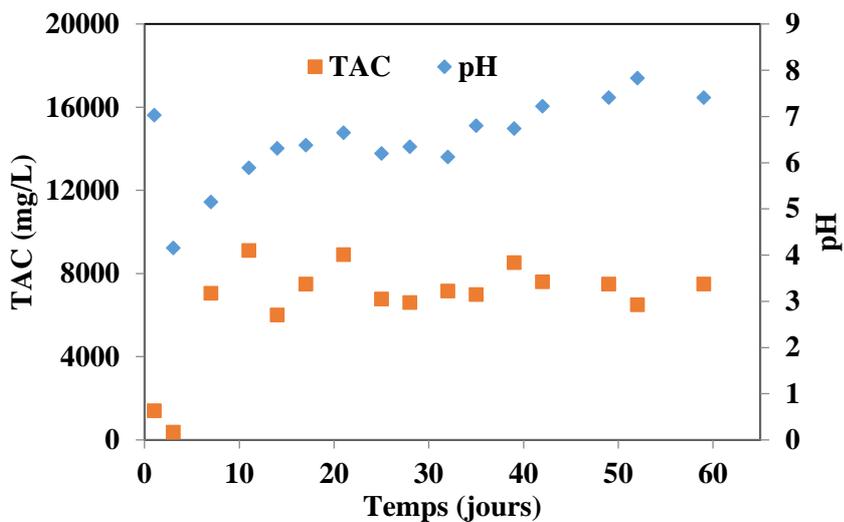


Figure III.20 - Evolution des TAC et pH dans le digesteur D2 à 7% de TS.

III.2.5 Analyse quantitative du biogaz :

III.2.5.1 Production journalière du biogaz :

La **figure III.21**, représente les volumes journaliers du biogaz produit par les digesteurs D1 (9% de TS) et D2 (7% de TS) durant les 100 jours de digestion anaérobie.

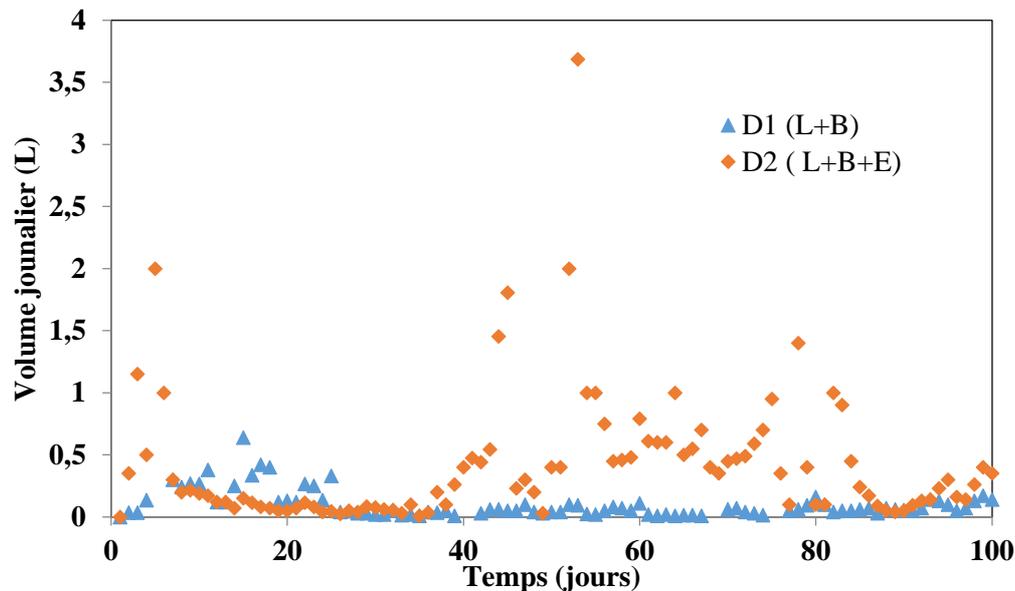


Figure III.21 - Evolution du volume de biogaz produit par les digesteurs D1 (9% de TS) et D2 (7% de TS).

Pour ce qui est du premier digesteur (9% de TS), on a observé une production de biogaz quotidienne relativement faible (entre 0.10-0.38 L). Durant cette période qui comptabilise une durée de 12 jours, la production du biogaz cumulée est de 1.78 L seulement. Cette faible production est expliquée par la phase de départ, qui correspond au démarrage de la croissance des bactéries fermentatives [72], [83]. Pour l'intervalle de temps de [12-25 jours], on a constaté une légère augmentation du volume de biogaz produit quotidiennement qui passe de 0.12 à 0.64 L. Au cours de cette période, qui a duré 13 jours, on a noté une production totale (cumulée) de 3.63 L. Dans le dernier intervalle de temps [25-100 jours], on a remarqué une diminution du volume de biogaz journalier, qui passe de 0.64 à 0.10 L. Durant cette phase, le volume cumulé était de 3.83 L de biogaz. Au final, la digestion anaérobie, qui a duré 100 jours, a conduit à une production de biogaz totale de 9.13 L seulement.

Pour ce qui est du deuxième digesteur (7% de TS), on a observé dans l'intervalle de temps de [0-38 jours], une production de biogaz quotidienne assez importante par rapport au premier

digesteur qui varie (entre 0.60-0.50 L). Durant cette période qui comptabilise une durée de 38 jours, la production du biogaz cumulée était de 8.11 L. C'est la phase de démarrage qui correspond à la croissance des bactéries fermentatives [72]. En outre durant cette période se déroulent les phases d'hydrolyse, et d'acidogénèse [84]. Comme suit l'hydrolyse durant laquelle les macromolécules se dégradent en petites molécules solubles (monomères), par les bactéries hydrolytiques anaérobies [85]; et l'acidogénèse au cours de laquelle il y'a formation des acides gras volatils qui causent la chute du pH. Pour l'intervalle de temps de [38-53 jours], on a constaté une augmentation rapide du volume du biogaz produit quotidiennement qui passe de 0.26 à 2.00 L. Au cours de cette période, qui a duré 15 jours, on a observé une forte production de biogaz, correspondant à un volume cumulé de 10.94 L. Cette forte production du biogaz est expliquée par la phase de croissance exponentielle [84]. Elle est rapide à cause de l'abondance des nutriments qui sont nécessaires aux bactéries fermentatives. Durant cette période se déroule la méthanogénèse qui est directement responsable de la production du CH₄ [85]. Au 53^{ème} jour de notre expérience on a analysé le biogaz cumulé, et on a observé que celui-ci est composé de 80 % de méthane (CH₄) et de 14% de dioxyde de carbone (CO₂). C'est la production optimale obtenue par le digesteur D2 (avec 7% de TS). Elle correspond à la phase de croissance exponentielle. Dans l'intervalle de temps (53-70 jours), on a remarqué une diminution remarquable du volume du biogaz quotidiennement produit, qui passe de 3.50 à 0.35 L. Ensuite, il remonte encore pour atteindre 1.40 L au 78^{ème} jour, puis redescend encore jusqu'à 0.04 L au 89^{ème} jour. C'est la phase de déclin. Le nombre de bactéries diminue et leur taux de mortalité va progressivement augmenter du fait de la diminution et la disparition des nutriments [72]. C'est la fin de la méthanogénèse et aussi la fin de la méthanisation. Au final, la digestion anaérobie, qui a duré 100 jours, a conduit à une production de biogaz totale de 42.27 L.

D'après la **figure III.21**, on note une nette différence dans la production journalière des gaz entre les deux digesteurs D1 et D2, car les volumes journaliers du digesteur D1 ne dépassent pas les 0.50 L par jour, alors que dans le digesteur D2, les volumes sont nettement supérieurs allant de 0.50 L jusqu' à 1.00 L voir même 2.00 L par jour. On a même atteint 3.50 L de biogaz au 53^{ème} jour. Cette différence est certainement due à la dilution, qui est un paramètre très important intervenant dans la rapidité du processus, sachant qu'une consistance plus épaisse ralentit la digestion anaérobie. C'est ce qui s'est réellement passé dans le digesteur D1, où on remarque ce ralentissement pour le démarrage ; alors que dans le digesteur D2, le démarrage de la méthanisation a été obtenu au 40^{ème} jour du lancement du digesteur.

III.2.5.2 Production cumulée :

La **figure III.22** représente le volume cumulé du biogaz produit par les digesteurs D1 et D 2 durant les 100 jours de digestion anaérobie. Nous observons que la production totale obtenue par le digesteur D2 (42.2 L) est nettement supérieure à celle obtenue par le digesteur D1 (9.1 L). Cette différence est encore due à la dilution et la présence de l'eau dans le deuxième digesteur.

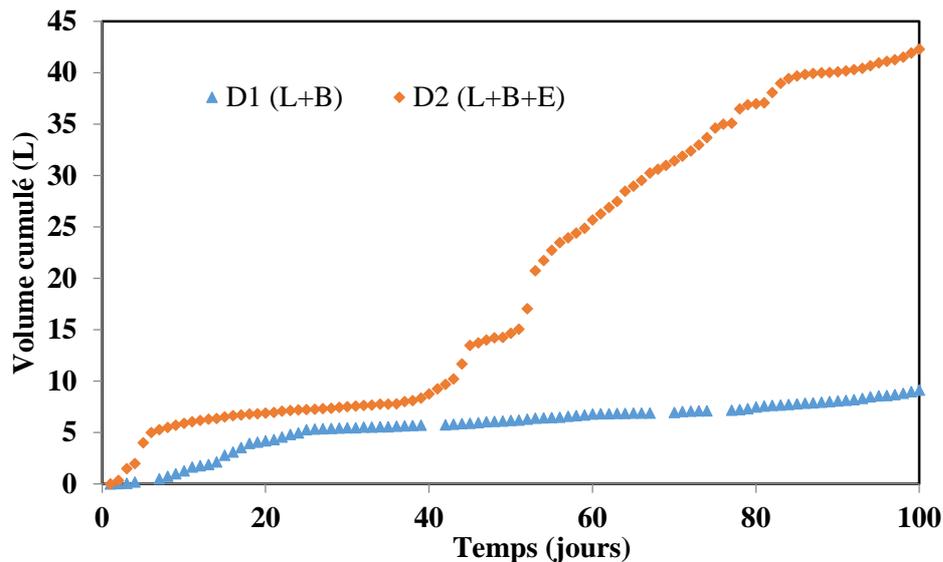


Figure III.22 - Evolution cumulée du biogaz produit par les digesteurs D1 (9% de TS) et D2 (7% de TS).

III.2.6 Analyse qualitative du biogaz :

III.2.6.1 Production de méthane :

La **figure III.23** donne l'évolution du taux de méthane dans le biogaz produit par le digesteur D1. Durant les 20 premiers jours de digestion, nous avons obtenu un taux de méthane très faible, qui est de 6% (phase de démarrage). Au bout de 24 jours, nous avons analysé un taux de méthane de 36.7%, avec une production cumulée de 5.4 L. Au 46^{ème} jour, le taux de méthane descend à 29% pour augmenter à 36.5% au 88^{ème} jour, avec un volume cumulé de 8.2 L.

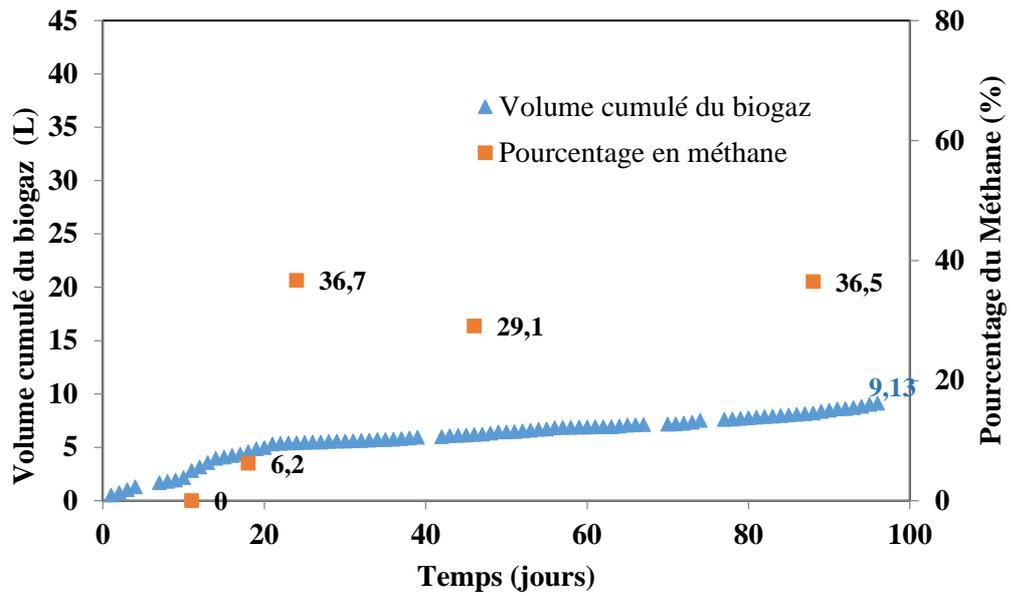


Figure III.23 - Evolution du taux de méthane dans le biogaz produit par le digesteur D1 (à 9% de TS).

La **figure III.24**, donne l'évolution du taux de méthane dans le biogaz produit par le digesteur D2. Durant les 40 premiers jours de digestion, on a obtenu des taux de méthane de 8% et 25%, dans les volumes analysés : c'est la phase de démarrage. Ensuite, on a enregistré des taux plus élevés, variant entre 50% et 77% pour une production cumulée de 37 L.

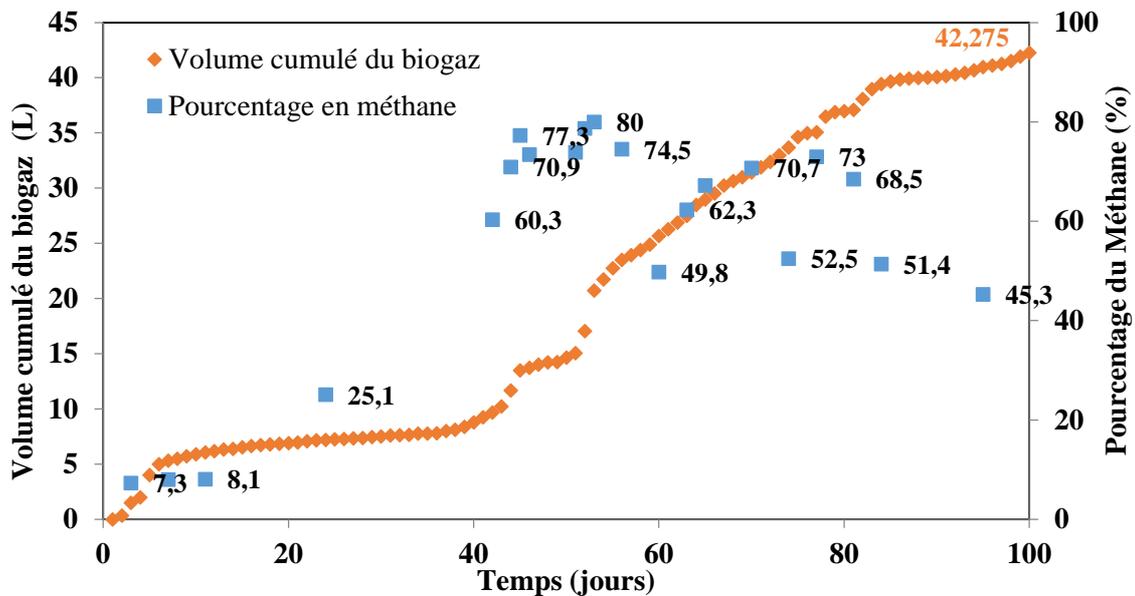


Figure III.24 - Evolution du taux de méthane dans le biogaz produit par le digesteur D2 (à 7% de TS).

Le maximum a été atteint au 53^{ème} jour avec 80% de CH₄. Ensuite, vient la phase de ralentissement où on enregistre des taux de méthane entre 68 et 45% pour un volume cumulé de 42 L. D'après la **figure III.24**, le digesteur D2 a fonctionné correctement suivant les quatre phases de méthanisation, ce qui n'est pas le cas du digesteur D1. Ceci étant dû principalement à l'apport de l'eau qui a permis une meilleure agitation et une meilleure répartition bactérienne dans tout le réacteur.

III.2.6.2 Performances des digesteurs à 9% de TS et 7% de TS :

Le **tableau III.5** englobe les caractéristiques initial et final des substrats dans les digesteurs D1 et D2 en termes de pH et de la DCO, ainsi que les performances des deux digesteurs.

Tableau III.5 - Efficacité d'abattement de la DCO et rendement en méthane pour les digesteurs à 9% de TS et 7% de TS.

	Effluent à l'entrée du digesteur		Effluent à la sortie après 100 jours		Abattement DCO (%)	Potentiel méthanogène (L CH ₄ /Kg VS)
	pH	DCO (g O ₂ /L)	pH	DCO (g O ₂ /L)		
Digesteur D1	6.9	88	6.5	45.5	48.3	14.2
Digesteur D2	7.0	66.4	7.7	17.8	73.2	215.3

Dans le deuxième digesteur (7% de TS), l'abattement en termes de DCO de 73%, montre une diminution considérable de la matière organique. Alors que, dans le premier digesteur (9% de TS), l'abattement n'était que de 48%. D'après le **tableau III.5**, les co-digestions effectuées pour une durée de 100 jours, ont entraîné des rendements en méthane de 14.2 et 215.3 L de CH₄/Kg de VS pour les digesteurs D1 et D2, respectivement. On remarque clairement l'efficacité du deuxième digesteur par rapport au premier digesteur, en termes de rendement spécifique en méthane, ou potentiel méthanogène, exprimé en L de CH₄/Kg de VS. La digestion anaérobie dans le digesteur D2 a suivi les étapes de méthanisation attendues et le rendement méthanogène était très proche de ceux obtenus par *Comino et al.* [86], avec 119.2 LCH₄/Kg VS ; *Comino et al.* [15], avec 211.4 L CH₄/Kg VS ; *Bertin et al.* [16], ont obtenu 258 L CH₄/Kg VS dans des conditions similaires ; *Rico et al.* [6], avec 182 L CH₄/Kg VS avec plus de 50% de lactosérum dans le mélange d'alimentation. Ces auteurs n'ont pas tenté le procédé avec plus de fraction de lactosérum, car ils ont observé une acidification avec des

fractions supérieures à 60%. D'autre part *Labatut et al.* [67] ont obtenu un rendement de 252.4L CH₄/Kg VS avec 75% de lactosérum dans l'alimentation. *Escalente et al.* [7], ont obtenu un rendement méthanogène du lactosérum avec le fumier de bovin plus faible, avec 25.6 et 30.5L CH₄/L de lactosérum.

III.3 Co-digestion anaérobie mésophile du lactosérum et les boues de STEP avec différents rapports substrat/ inoculum :

III.3.1 Les conditions initiales :

Les conditions initiales pour les trois co-digestions effectuées du lactosérum avec les boues de STEP : (20L: 80B), (50L: 50B) et (80L: 20B) sont indiquées dans le **tableau III.6**.

Tableau III.6 - Conditions initiales pour les trois co-digestions anaérobies du lactosérum avec les boues de STEP : (20L: 80B), (50L: 50B) et (80L: 20B).

	Lactosérum	Boues digérées	20L: 80B	50L: 50B	80L: 20B
pH	6.4	8.2	7.4	7.5	7.1
TS (%)	7	4.5	3.4	4.3	4.3
VS (%)	98.3	32.4	45.6	76.0	76.1
AGV (mg/L)	37	-	72	60	192
TAC (mg/L CaCO₃)	-	4125	5800	6200	3400

L: lactosérum; B: Boues digérées.

Les caractéristiques chimiques du substrat « lactosérum », de l'inoculum « boues digérées de STEP », et les trois mélanges utilisés pour la phase de démarrage des réacteurs mésophiles sont présentées dans le **tableau III.6**. Le lactosérum a un faible pH 6.4, et une alcalinité nulle ; alors que les boues ont été caractérisées par un pH de 8.2, et une valeur d'alcalinité de 4.125 g/L, valeurs qui peuvent être considérées comme suffisamment élevées pour neutraliser une éventuelle accumulation des AGV. Le pH du lactosérum étant inférieur à celui des boues, ce qui explique la valeur inférieure du pH de 7.1 pour la co-digestion à 80% de lactosérum qui est de nature acide par rapport aux boues qui sont de nature basique avec un pH de 8.8. Les TS pour les co-digestions contenant 50 % et 80% de lactosérum sont supérieurs aux TS de celle de 20%. Les VS également.

III.3.2 Suivi du pH, du TAC et des AGV :

La **figure III.25** montre les variations des pH, des TAC et des AGV au cours des trois co-digestions anaérobies du lactosérum avec les boues de STEP : (20L: 80B), (50L: 50B) et (80L: 20B) en mésophile à 40°C. Initialement, des diminutions de pH de 7.4 à 6.7 pour la Figure a. ; 7.7 à 5.0 pour la **figure b.** ; et 7.1 à 4.7 pour la Figure c. sont observées. Cela correspond à la phase d'acidogénèse où la production des AGV atteint des concentrations de 0.24, 0.88 et 1.27 g/L, pour les **figures a.b. et c.** respectivement. Les valeurs trop basses du pH de 5.0 et 4.7 dans

les digesteurs **figures b. et c.**, sont dues à l'acidification rapide du lactosérum. Cette diminution est stabilisée par l'alcalinité importante survenue dans les digesteurs.

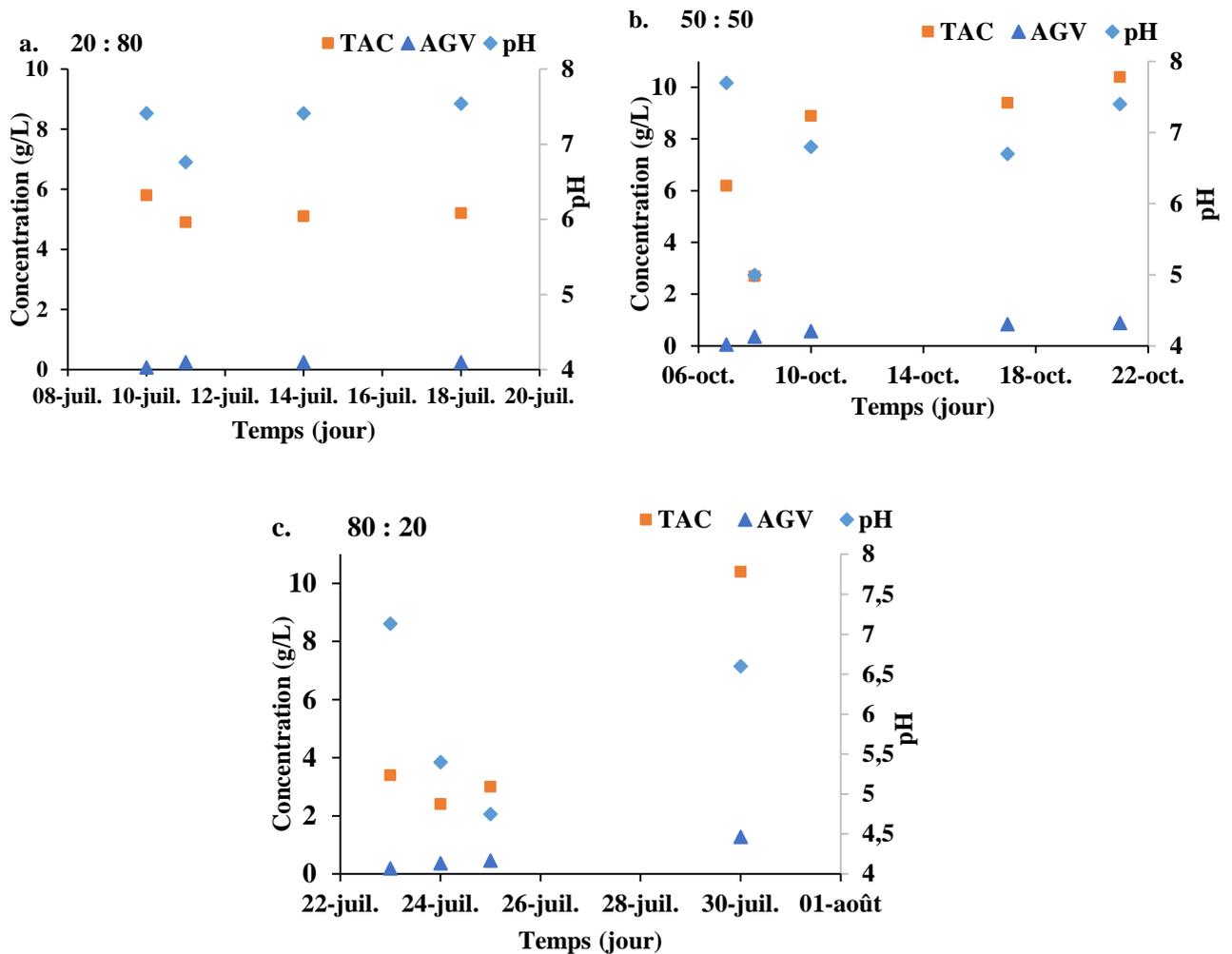


Figure III.25 - Mesures des TAC, AGV et pH durant les co-digestions anaérobies : a. 20 :80 ; b. 50: 50 et c. 80 :20.

Dans la **figure III.25 a.** les valeurs de TAC sont inférieures à 6 g/L, alors que dans les **figures III.25 b. et c.** les valeurs de TAC dépassent les 6 g/L pour atteindre les 10 g/L. Ceci est dû à l'ajout des carbonates de soude pour l'ajustement du pH du milieu. En effet, une alcalinité comprise entre 4.9 g/L et 5.2 g/L de CaCO_3 a pu équilibrer les acides gras produits au cours du deuxième jour en assurant un pouvoir tampon favorable dans le digesteur 20 :80 (**figure III.25 a.**), et ceci sans ajustement du milieu. Alors que dans les digesteurs à 50 :50 et 80 :20 (**figure III.25 b. et c.**), l'acidité de milieu réactionnel a été corrigée par l'ajout de CaCO_3 . Et de ce fait, des alcalinités atteignant jusqu'à 10.4 g/L ont été nécessaires pour équilibrer les AGV produits dans les digesteurs.

Par ailleurs, la co-digestion anaérobie de faibles quantités de lactosérum avec les boues digérées 20 :80 a fonctionnait de manière plus stable que celles à 50 :50 et 80 :20. En conséquence, l'application de tels rapports faibles de lactosérum permet d'obtenir une capacité tampon dans les digesteurs résultant en un équilibre d'alcalinité et d'acidité sans aucun ajustement par ajout d'additifs chimiques, ce qui peut diminuer le coût de traitement des déchets dans les applications industrielles à grande échelle.

III.3.3 Production cumulée en biogaz et méthane :

La **figure III.26** montre les variations des pH, des TAC et des AGV au cours des trois co-digestions anaérobies du lactosérum avec les boues de STEP : (20L: 80B), (50L: 50B) et (80L: 20B) en mésophile à 40°C.

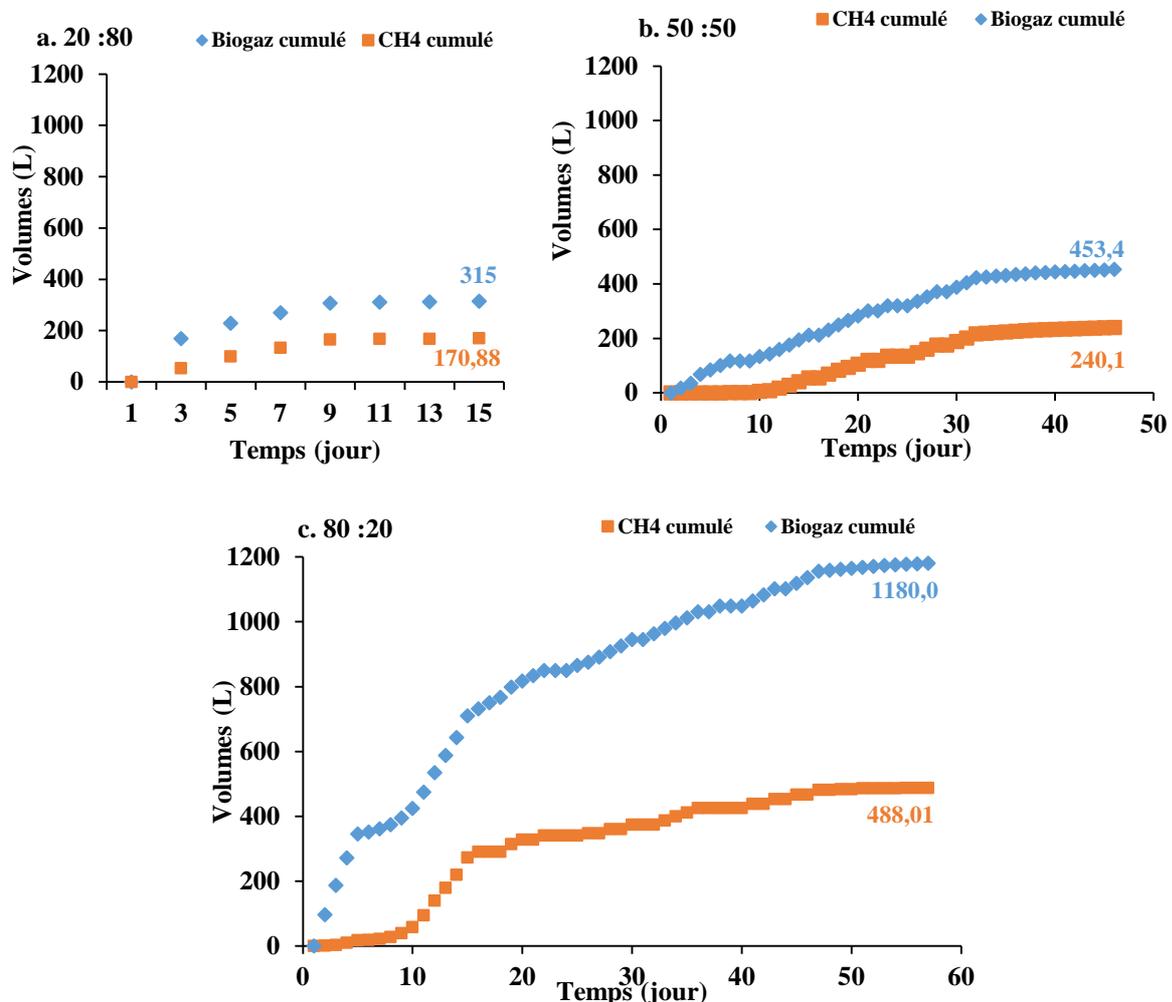


Figure III.26 - Productions cumulées en biogaz et en méthane pour les trois co-digestions anaérobies du lactosérum avec les boues de STEP : a. (20:80) ; b. (50:50) ; c. (80:20).

Les graphiques III.26.a, III.26.b et III.26.c représentent les volumes cumulés en biogaz produit, et en méthane par les trois digesteurs contenant 20% de lactosérum et 80% de boues de STEP, 50% de lactosérum et 50% de boues de STEP et 80% de lactosérum et 20% de boues de STEP, respectivement. Les co-digestions anaérobies ont été suivi jusqu'à épuisement complet des substrats initiaux.

La production totale en biogaz était de 315 litres, avec une quantité de méthane totale de 171 litres. La production totale en biogaz était de 453 litres, avec une quantité de méthane totale de 240 litres. La production totale en biogaz était de 1180 litres, avec une quantité de méthane totale de 488 litres.

III.3.5. Composition en CO₂ et CH₄

Les figures III.29, III.30, III.31 représnetent les pourcentages en méthane et en CO₂ correspondant aux trois co-digestions anaérobies du lactosérum et boues à différents ratios : Lactosérum : Boues.

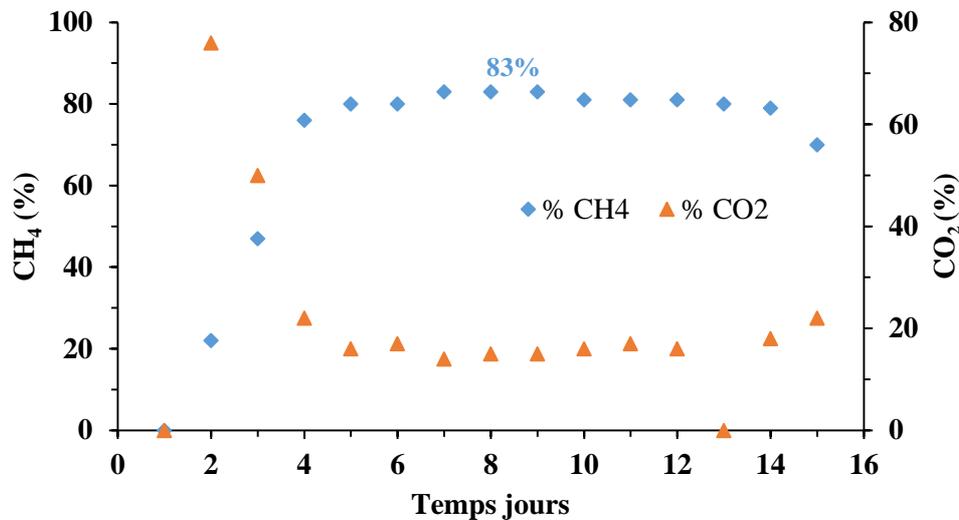


Figure III.29 - Proportion de méthane et gaz carbonique dans le biogaz pour la co-digestion du lactosérum avec les boues de STEP 20L:80B.

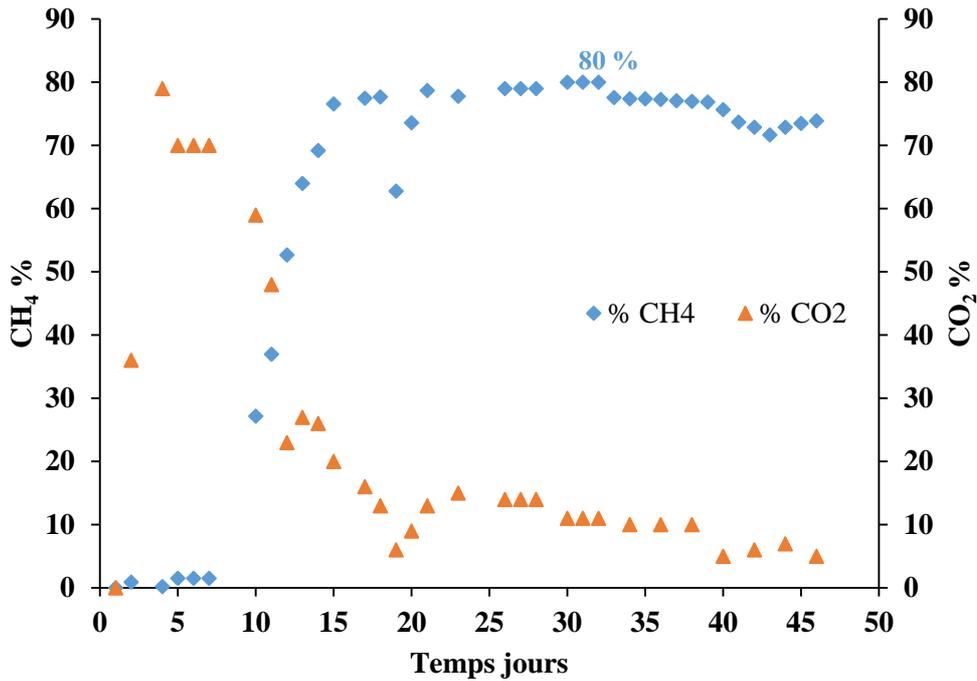


Figure III.30 - Proportion de méthane et gaz carbonique dans le biogaz pour la co-digestion du lactosérum avec les boues de STEP 50L:50B.

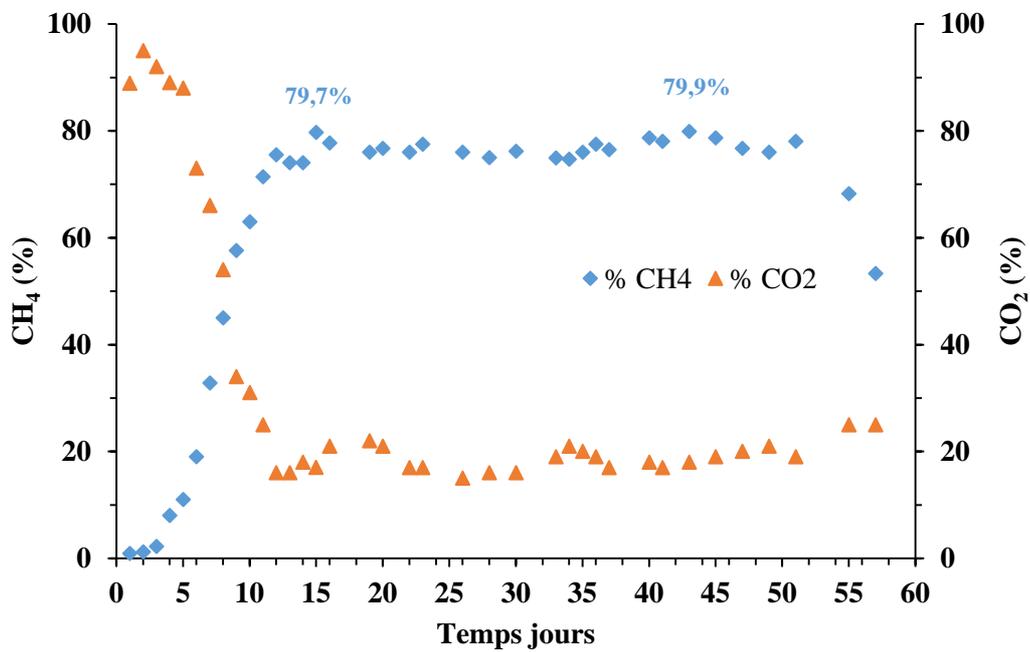


Figure III.31 - Proportion de méthane et gaz carbonique dans le biogaz pour la co-digestion du lactosérum avec les boues de STEP 80L:20B.

D'après les figures III.29 III.30 et III.31 , on a obtenu des optimums de méthane de l'ordre de 83%, 80% et 79,9%, lors des trois co-digestions, 20%L:80%B, 50%L:50%B, et 80%L:20%B,

respectivement. En conclusion, la co-digestion à 20L:80B présente un meilleur rendement CH_4 /biogaz de 54.2%, et un meilleur rendement méthanogène de 492.3 $\text{LCH}_4/\text{Kg VS}$ (**figure III.32**), par rapport à la co-digestion à 50L:50B et la co-digestion à 80L:20B présentant des rendements méthanogènes de 252.8 et 275.3 $\text{LCH}_4/\text{Kg VS}$, respectivement.

Le meilleur résultat obtenu par cette étude expérimentale (**figure III.32**) est supérieur à ceux rapportés par *Fernandez et al.* [68] qui ont évalué la co-digestion du lactosérum avec des boues anaérobies de STEP dans un système thermophile à 55°C obtenant un rendement méthanogène de 314.5 $\text{L CH}_4/\text{Kg DCO}$; *Antonelli et al.* [17] qui ont évalué la co-digestion du lactosérum avec des boues anaérobies de STEP dans un système mésophile à 32°C obtenant un rendement méthanogène de 270 $\text{LCH}_4/\text{Kg VS}$.

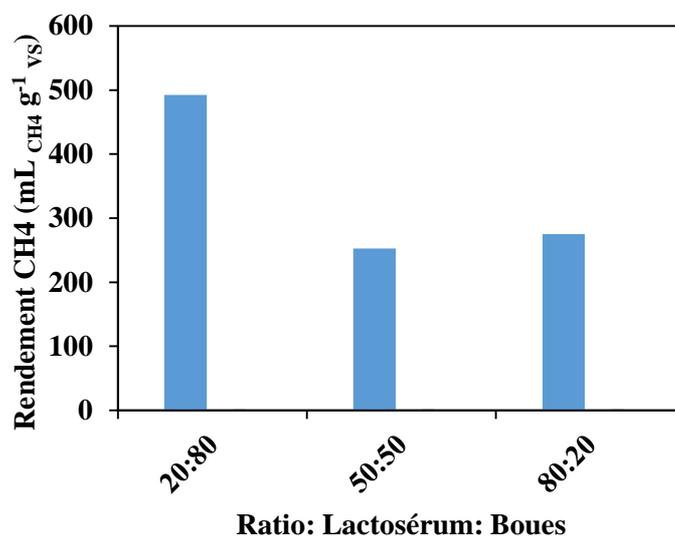


Figure III.32 - Rendements méthane avec différents ratios: Lactosérum : Boues digérées.

Conclusion générale

Conclusion générale

Actuellement l'augmentation des besoins énergétiques est associée à une raréfaction des ressources. La majeure partie de cette dernière est d'origine fossile (pétrole, gaz, ...etc). L'utilisation de ces ressources est associée à la libération dans l'atmosphère, de gaz favorisant le réchauffement climatique, en particulier sous forme de dioxyde de carbone (CO₂). Pour pallier à ce problème, le recours aux énergies renouvelables est impératif. De plus, l'utilisation de déchets pour la produire, permettrait de transformer une source de problèmes en solution. Le traitement anaérobie par méthanisation est le procédé préféré pour la stabilisation et le traitement de certains rejets agro-alimentaires. Ce procédé favorise l'utilisation du biogaz obtenu dans la production de l'énergie électrique et thermique. L'efficacité dans les processus de co-digestion dépend non seulement de la température, mais également des proportions de chacun des substrats utilisés. La production de gaz dans le digesteur peut être fonction du type et de la quantité de co-substrats ajoutés. Notre travail de recherche a été mené pour mieux comprendre le principe et la technologie de la méthanisation, avoir les outils pour choisir le mode de méthanisation le plus adapté et mieux valoriser le biogaz issu de ce procédé.

La méthanisation du lactosérum de fromage généré par l'une des plus importantes industries laitières d'Algérie a montré comment il était possible de produire une précieuse énergie renouvelable tout en réduisant en parallèle sa très forte pollution organique. Cette étude fournit un grand nombre de résultats sur la co-digestion anaérobie du lactosérum avec deux principaux inoculums ; les bouses de vaches, et les boues de STEP.

La caractérisation physico-chimique des rejets utilisés lactosérum, bouse de vache et boues de STEP a montré que le lactosérum est de nature acide [pH 6.4] et d'une alcalinité nulle, alors que la bouse de vache et les boues de STEP présentent un pH basique [8.1] et une alcalinité très élevée. La méthanisation se faisant à des pH voisins de la neutralité d'où l'intérêt de les co-digérer. Les principaux paramètres de la digestion anaérobie ont été suivis et étudiés, notamment : le pH, l'alcalinité, les acides gras volatils, la DCO et les VS, en plus de l'étude quantitative et qualitative des biogaz obtenus et le rendement en CH₄.

Dans la première grande partie de ce travail de recherche, l'effet de l'ajustement du pH par l'utilisation de bicarbonate de sodium sur les performances des digesteurs anaérobies en mésophile a été étudié. Il s'est avéré nécessaire de contrôler le pH des digesteurs pendant la co-digestion anaérobie du lactosérum acide avec du fumier de vache. Sans contrôle du pH, le pH

très bas (3.3) inhibe le processus méthanogène et le biogaz produit contient très peu de méthane. L'inhibition du pH des méthanogènes était irréversible et le digesteur non ajusté n'a pas récupéré (pas de production CH_4). Alors que dans le digesteur ajusté, le pH a été restauré, et a pu augmenter la production de CH_4 dans le biogaz, jusqu'à 50%. En conséquence, une production de biogaz de 11L a été obtenue en 25 jours avec un maximum de 54 % de CH_4 , le 11^{ème} jour de co-digestion.

Dans la seconde grande partie de ce travail de recherche, l'étude comparative de deux co-digestions anaérobies révèle que le digesteur avec 7% de TS donne de meilleurs résultats par rapport au digesteur avec 9% de TS, avec une production de biogaz de 42.2 L, et un optimum en CH_4 de 80% au 53^{ème} jour. Le rendement méthanogène était de 215.3 L/kg VS, et un plus grand abattement en DCO a été obtenu, soit 73%. De plus, durant la co-digestion anaérobie dans le digesteur avec 7% de TS, le paramètre AGV a indiqué que les réactions d'hydrolyse et d'acidogénèse se produisent rapidement. Les AGV ont également eu un faible impact sur les bactéries méthanogènes qui se traduit par une production de méthane efficace par rapport à un digesteur à haut taux de solides.

Dans la troisième grande partie de ce travail de recherche, l'effet de la quantité de lactosérum par rapport aux boues de STEP sur les performances des digesteurs anaérobies en mésophile a été étudié. Le digesteur contenant un ratio de 20 :80 [lactosérum : boues de STEP] a donné de meilleurs résultats par rapport aux ratios 50 :50 et 80 :20 [lactosérum : boues de STEP], avec un rendement en méthane correspondant à 492.3 L de CH_4/Kg VS et un optimum en méthane de 83%.

Au terme de cette étude, nous pouvons dire que la digestion anaérobie est un processus très complexe, car chaque digesteur est unique compte tenu du processus mis en jeu, des substrats utilisés, des populations bactériennes....etc. 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 pour éviter toute contamination, ou inhibition des digesteurs.

D'autres études complémentaires pourraient être effectuées pour améliorer les performances de la digestion anaérobie du lactosérum :

- Améliorer la qualité du substrat en préparant des mélanges constitués de lactosérum et de différents rejets urbains et industriels (eaux usées, déchets végétaux, ordures ménagères, déchets d'abattoirs ...etc),
- Réaliser un suivi de certains paramètres biologiques afin de prévenir les intoxications possibles et donc la perte de productivité de l'unité de méthanisation.

- Prendre en considération la purification du biogaz obtenu, surtout le H₂S responsable de la corrosion dans les installations méthanogènes.
- Réaliser des co-digestions anaérobies en continu, pour les extrapoler à grande échelle.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] N. Osaka, K. Nagai, S. Mizuno, M. Sakka & K. Sakka, “Development of an anaerobic hydrogen and methane fermentation system for kitchen waste biomass utilization”. *World Renewable Energy Congress-Sweden*, 8-13 May, no. 57, pp. 447-454, 2011. DOI: <https://doi.org/10.3384/ecp11057447>.
- [2] H. Flores-Mejia, A. Lara-Musule, E. Hernández-Martínez, R. Aguilar-López, & H. Puebla, “Indirect Monitoring of Anaerobic Digestion for Cheese Whey Treatment”. *Processes*, vol. 9, no. 3, 539, 2021. DOI : <https://doi.org/10.3390/pr9030539>.
- [3] S. Berger, C. Couturier, I. Meiffen, “La digestion des boues urbaines”, SOLAGRO, Agence de l’Eau, Ed. Ménard, 2001.
- [4] R. Moletta, “La méthanisation”, Edition Tec & Doc, 2008.
- [5] F. Asunis, G. De Gioannis, P. Dessì, M. Isipato, P. N. Lens, A. Muntoni, ... & D. Spiga, “The dairy biorefinery: Integrating treatment processes for cheese whey valorisation”. *Journal of environmental Management*, vol. 276, 111240, 2020.
- [6] C. Rico, N. Muñoz & J. L. Rico, “Anaerobic co-digestion of cheese whey and the screened liquid fraction of dairy manure in a single continuously stirred tank reactor process: Limits in co-substrate ratios and organic loading rate”. *Bioresource technology*, vol. 189, pp. 327-333, 2015.
- [7] H. Escalante, L. Castro, M. P., Amaya, L. Jaimes, & J. Jaimes-Estévez, “Anaerobic digestion of cheese whey: Energetic and nutritional potential for the dairy sector in developing countries”. *Waste Management*, vol. 71, pp. 711-718, 2018.
- [8] N. Tirichine, M. Khitous, M. Saber, H. Lounici & R. Bouarab, “Improved anaerobic digestion performances of whey in a batch reactor”. *Algerian Journal of Environmental Science and Technology*, vol. 6, no. 4, 2020.
- [9] A. E. Ghaly & D. R. Ramkumar, “Controlling the pH of acid cheese whey in a two-stage anaerobic digester with sodium hydroxide”. *Energy Sources*, vol. 21, no. 6, pp. 475-502, 1999.
- [10] S. V. Kalyuzhnyi, “Batch anaerobic digestion of glucose and its mathematical modeling. II. Description, verification and application of model”. *Bioresource technology*, vol. 59, no. 2-3, pp. 249-258, 1997.

- [11] J. Gelegenis, D. Georgakakis, I. Angelidaki & V. Mavris, “Optimization of biogas production by co-digesting whey with diluted poultry manure”. *Renewable Energy* vol. 32, no. 13, pp. 2147-2160, 2007.
- [12] T. H. Ergüder, U. Tezel, E. Güven, & G. N. Demirer, “Anaerobic biotransformation and methane generation potential of cheese whey in batch and UASB reactors”. *Waste management*, vol. 21, no. 7, pp. 643-650, 2001.
- [13] B. Kavacik & B. Topaloglu, “Biogas production from co-digestion of a mixture of cheese whey and dairy manure”. *Biomass and bioenergy*, vol. 34, no. 9, pp. 1321-1329, 2010.
- [14] E. Comino, M. Rosso, & V. Riggio, “Development of a pilot scale anaerobic digester for biogas production from cow manure and whey mix”. *Bioresource technology*, vol. 100, no. 21, pp. 5072-5078, 2009.
- [15] E. Comino, V. A. Riggio, & M. Rosso, “Biogas production by anaerobic co-digestion of cattle slurry and cheese whey”. *Bioresource technology*, vol. 114, pp. 46-53, 2012.
- [16] L. Bertin, S. Grilli, A. Spagni, & F. Fava, “Innovative two-stage anaerobic process for effective codigestion of cheese whey and cattle manure”. *Bioresource technology*, vol. 128, pp. 779-783, 2013.
- [17] J. Antonelli, C.A. Lindino, J. C. R. de Azevedo, S. N. M. de Souza, P. A. Cremonez, & E. Rossi, “Biogas production by the anaerobic digestion of whey”. *Revista de Ciências Agrárias*, vol. 39, no. 3, pp. 463-467, 2016.
- [18] A. E. Maragkaki, M. Fountoulakis, A. Gypakis, A. Kyriakou, K. Lasaridi & T. Manios, “Pilot-scale anaerobic co-digestion of sewage sludge with agro-industrial by-products for increased biogas production of existing digesters at wastewater treatment plants”. *Waste management*, vol. 59, pp. 362-370, 2017.
- [19] R. Moletta, “La méthanisation”, Edition Tec & Doc, 2011.
- [20] ADEME, “Méthanisation”, 2021. [Online]. Available : <https://www.fournisseurs-electricite.com/guides/environnement/methanisation>. [Accessed : Mai-2023]
- [21] I. Coulomb-Vendeuvre, & J. Guezou, “Effect of treatments upon the organic matter of landfill leachates”, *Techniques, Sciences, Methodes: Genie Urbain-Genie Rural*, 1998.
- [22] J. Pelmont, “Bactéries et environnement: adaptations physiologiques”, 899 p, Grenoble, frame: Presses universitaires de Grenoble, 1993.
- [23] B. Schink, “Energetics of syntrophic cooperation in methanogenic degradation”. *Microbiology and molecular biology reviews*, vol. 61, no. 2, pp. 262-280, 1997.
- [24] M. Metje & P. Frenzel, “Methanogenesis and methanogenic pathways in a peat from subarctic permafrost”. *Environmental Microbiology*, vol. 9, no. 4, pp. 954-964, 2007.

- [25] D. Karakashev, D.J. Batstone, E. Trably, & I. Angelidaki, “Acetate oxidation is the dominant methanogenic pathway from acetate in the absence of Methanosaetaceae”. *Applied and environmental microbiology*, vol. 72, no. 7, pp. 5138-5141, 2006.
- [26] R. Moletta, “La méthanisation”. Edition Tec & Doc, 2002.
- [27] F.R. Hawkes, A.J. Guwy, A.G. Rozzi, D.L. Hawkes, “A new instrument for on-line measurement of bicarbonate alkalinity”, *Wat. Res.*, vol. 27, no. 1, pp. 167-170, 1993.
- [28] G. J. Farquhar, and F. Rovers, “Gas production during refuse decomposition”. *Water, air and soil pollution*, vol. 2, pp. 483–495, 1973.
- [29] H. J. Ehrig, “Quality and quantity of sanitary land fill leachate”, *Waste Management and Research*, vol. 1, pp. 53–68, 1983.
- [30] B. De La Farge, “Le biogaz : Procédés de fermentation méthanique”, 1995.
- [31] Bayard, 2007.
- [32] G. Bastide, “Methodological guide for the follow-up and elaboration of performance assessments of a methanization plant”, Rapport final, 2014.
- [33] C. Couturier, S. Berger, I. Meiffen, “La digestion des boues urbaines”, SOLAGRO, Agence de l’Eau, Ed. Ménard, 2001.
- [34] V.A. Rakotoniaina, “Co-méthanisation des déchets fermiers et alimentaires : expérimentation et modélisation”, Thèse de Doctorat, Université de la Réunion, 2012.
- [35] WIKIPEDIA, “Pouvoir Méthanogène”, Février 2022. [Online]. Available : https://fr.wikipedia.org/wiki/Pouvoir_méthanogène. [Accessed : Juin -2023]
- [36] INRAA, “Mesure du potentiel méthanogène”, Mars 2013. [Online]. Available : <https://www6.montpellier.inrae.fr/it-e/Prestations/Analyses/Potentiel-methanogene>. [Accessed : Juin -2023]
- [37] ADEME, “La biologie des digesteurs à destination des exploitants d’unités de méthanisation”, Guide pédagogique, Novembre 2014. [Online]. Available : <https://bourgogne-franche-comte.ademe.fr/sites/default/files/biologie-digesteurs-synthese-2014.pdf>.
- [38] C. Lapointe-Vignola, “Science et technologie du lait: transformation du lait”. Presses inter Polytechnique, 2002.
- [39] P. M. Guimarães, J. A. Teixeira, & L. Domingues, “Fermentation of lactose to bio-ethanol by yeasts as part of integrated solutions for the valorisation of cheese whey”. *Biotechnology advances*, vol. 28, no. 3, pp. 375-384, 2010.
- [40] S. Bordenave-Juchereau, B. Almeida, J. M. Piot, & F. Sannier, “Effect of protein concentration, pH, lactose content and pasteurization on thermal gelation of acid caprine whey protein concentrates”. *Journal of dairy research*, vol. 72, no. 1, pp. 34-38, 2005.

- [41] G. Linden, & D. Lorient, “Agroindustrial biochemistry: upgrading the nutritive value of farm produce”. *Agroindustrial biochemistry: upgrading the nutritive value of farm produce*. Paris, Masson, 392 p, 1994.
- [42] P. Sottiez, “Produits dérivés des fabrications fromagères”, *Lait et produits laitiers, vache, brebis, chèvre*. Ed. Lavoisier, Paris, 633 p, 1990.
- [43] C. V. Morr & E. Y. W. Ha, “Whey protein concentrates and isolates: processing and functional properties”. *Critical Reviews in Food Science & Nutrition*, vol. 33, no. 6, pp. 431-476, 1993.
- [44] V. Jacquet Violleau, “Déminéralisation par électrodialyse en présence d'un complexant. Applications au lactosérum”, (Doctoral dissertation), 1999.
- [45] Veolia Water STI, “Le traitement des effluents de la filière Lait Fromage/Industries Alimentaires et Agricoles”, Janvier/Février 2012.
- [46] M. Cheryan, & N. Rajagopalan, “Membrane processing of oily streams. Wastewater treatment and waste reduction”. *Journal of membrane science*, vol. 151, no. 1, pp. 13-28, 1998.
- [47] J. Laplanche, V. Ducognon, & D. Trevisan, “Traitement du lactosérum par filtration sur compostensemencé de vers”. *Rencontres autour des recherches sur les ruminants*, 2006.
- [48] J. L. Audic, B. Chaufer, & G. Daufin, “Non-food applications of milk components and dairy co-products: A review”. *Le Lait*, vol. 83, no. 6, pp. 417-438, 2003.
- [49] A. Hamoudi, N. Triki, “Essai de valorisation de lactosérum brute dans une formulation de crème végétale au niveau de l'industrie SARL ISO_INTERNATIONAL. Diss. Université Mouloud Mammeri, 2020.
- [50] A. Rachedi, M. Lotfi, “Traitement d'un rejet laitier par coagulation-floculation”, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Polytechnique, 2015.
- [51] H. Djelal, M. Rigail, L. Boyer, “Les effluents industriels et leur traitement”. *Revue management et avenir*, vol. 6, pp. 275-288, 2008.
- [52] M. R. Kosseva, P. S. Panesar, G. Kaur & J. F. Kennedy, “Use of immobilised biocatalysts in the processing of cheese whey”. *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 45, no. 5, pp. 437-447, 2009.
- [53] G. Moulin, et P. Galzy, “Yeast production, a possibility for the utilization of lactoserum”. *Industries alimentaires et agricoles*, 1976.
- [54] A. Carlotti, F. Jacob, J. Perrier, & S. Poncet, “Yeast production from crude sweet whey by a mixed culture of *Candida kefyr* LY496 and *Candida valida* LY497”. *Biotechnology letters*, vol. 13, pp. 437-440, 1991.

- [55] A. Woo, “La grande diversité du lactosérum”, Agriculture et agroalimentaire, Canada, 313 p, 2002.
- [56] J. Dryer, “La grande diversité du lactosérum”, *Dairy foods*, vol. 102, no. 5, pp. 1-35, 2001.
- [57] S.T. Yang, E.M. Silva, “Novel products and new technologies for use of a familiar carbohydrate, milk lactose”. *J. Dairy Sci.* vol. 78, pp. 2541–2562, 1995.
- [58] VEDURA, “Les dioxines des vieux incinérateurs de déchets toujours présentes”, 2009.
- [59] J. Lançon, “Les restitutions du bétail au pâturage et leurs effets”, 1978.
- [60] P. Buffiere, M. Carrere, O. Lemaire, & J. Vasquez, “Guide méthodologique pour l’exploitation d’unités de méthanisation de déchets solides”. *Projet METHAPI-Expertise*, 2007.
- [61] P. Tchouate Héteu & J. Martin, “Conversion biochimique de la biomasse: aspects technologiques et environnementaux”, no. 3, Working paper, 2003.
- [62] M. Carlini, S. Castellucci, & M. Moneti, “Biogas production from poultry manure and cheese whey wastewater under mesophilic conditions in batch reactor”. *Energy Procedia*, vol. 82, pp. 811-818, 2015.
- [63] B.J. Zhang, “Procède de traitement anaérobie des boues et de valorisation du biogaz”, 2011.
- [64] S. M. Ashekuzzaman, & T. G. Poulsen, “Optimizing feed composition for improved methane yield during anaerobic digestion of cow manure based waste mixtures”. *Bioresource technology*, vol. 102, no. 3, pp. 2213-2218, 2011.
- [65] Y. Li, S. Y. Park & J. Zhu, “Solid-state anaerobic digestion for methane production from organic waste”. *Renewable and sustainable energy reviews*, vol. 15, no. 1, pp. 821-826, 2011.
- [66] A. R. Prazeres, F. Carvalho & J. Rivas, “Cheese whey management: A review”. *Journal of environmental management*, vol. 110, pp. 48-68, 2012.
- [67] R. A. Labatut, L. T. Angenent, & N. R. Scott, “Biochemical methane potential and biodegradability of complex organic substrates”. *Bioresource technology*, vol. 102, no. 3, pp. 2255-2264, 2011.
- [68] C. Fernández, M. J. Cuetos, E. J. Martínez, & X. Gómez, “Thermophilic anaerobic digestion of cheese whey: Coupling H₂ and CH₄ production”. *Biomass and bioenergy*, vol. 81, pp. 55-62, 2015.
- [69] K. M. Ostrem, K. Millrath & N. J. Themelis, “Combining anaerobic digestion and waste-to-energy”. In *North American Waste-to-Energy Conference*, vol. 3736, pp. 265-271, 2004.

- [70] L.V-A. Truong, ‘Purification du biogaz provenant de la digestion anaérobie du lisier de porc’. Mémoire de maîtrise, Université de Sherbrooke, Québec, 2004.
- [71] B. Lagrange, ‘Biométhane, Tome 2: Principes, techniques et utilisations’. EDISUD, 246 p, 1979.
- [72] I. Tou, S. Igoud & A. Touzi, ‘Production de biométhane à partir des déjections animales’. *Rev. Energ. Ren.: Production et Valorisation-Biomasse*, no. Spéciale, pp. 103-108, 2001.
- [73] EDORA et Valbiom, ‘Comprendre la biométhanisation’, 2012.
- [74] A. Demeyer, F. Jacob, M. Jay, G. Menguy, & J. Perrier, ‘La conversion bioénergétique du rayonnement solaire et les biotechnologies’, 1980.
- [75] APHA, ‘Standard methods for the examination of water and wastewater’. American Public Health Association. Inc., Washington, DC, 1995.
- [76] L. Salvadori, Y. Michel, W. Moreaud, ‘Détermination des MES-MVS, Acides gras volatiles, TP Chimie, 2008.
- [77] PACER, ‘Biogaz à partir de déchets industriels et ménagers’, Energies renouvelables, 1992.
- [78] P. Delfosse, ‘Microbiologie de la digestion anaérobie’, 2010.
- [79] M. Djaâfri, M. Khelifi, S. Kalloum, A. Tahri, K. Kaidi, & A. Touzi, ‘Effet de l’ensemencement sur la digestion anaérobie des déchets ménagers de la ville d’Adrar’. *Journal of Renewable Energies*, vol. 12, no. 3, pp. 369-374, 2009.
- [80] S. Kalloum, H. Boubdessalem, A. Touzi, & A. Iddou, ‘La Digestion Anaérobie des boues des stations d’épuration: une opportunité énergétique et environnementale’. Mémoire de Magister, ENSET, Oran, Algérie, 2006.
- [81] N. Brown, J. Guttler, A. Shilton, ‘Overcoming the challenges of full scale anaerobic co-digestion of casein whey’, *Renewable Energy*, vol. 96, Part A, pp. 425-432, 2016. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.renene.2016.04.044>.
- [82] CPL. Grady, HC. Lim, ‘Biological Wastewater Treatment’, New York, NY: Marcel Dekker Inc, 1980.
- [83] J. R. Lobry, ‘Re-évaluation du modèle de croissance de Monod. Effet des antibiotiques sur l’énergie de maintenance’ (Doctoral dissertation, Université Claude Bernard-Lyon I), 1991.
- [84] S. Igoud, I. Tou, S. Kehal, N. Mansouri, & A. Touzi, ‘Première approche de la caractérisation du biogaz produit à partir des déjections bovines’. *Revue des Energies Renouvelables*, vol. 5, pp. 123-128, 2002.
- [85] A. Damien, ‘Guide du traitement des déchets’. Paris: Dunod, 2004.

- [86] E. Comino, M. Rosso et V. Riggio, “Investigation of increasing organic loading rate in the co-digestion of energy crops and cow manure mix”. *Bioresource technology*, vol. 101, no. 9, pp. 3013-3019, 2010.
- [87] T. Amon, B. Amon, V. Kryvoruchko, W. Zollitsch, K. Mayer, & L. Gruber, “Biogas production from maize and dairy cattle manure—influence of biomass composition on the methane yield”. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, vol. 118, no.1-4, pp. 173-182, 2007.
- [88] G. K. Anderson, & G. Yang, “Determination of bicarbonate and total volatile acid concentration in anaerobic digesters using a simple titration”. *Water Environment Research*, vol. 64, no. 1, pp. 53-59, 1992.
- [89] N. Bernet, et P. Buffière, “Caractérisation de la mise en œuvre de la méthanisation”. In Moletta, R., “La méthanisation” (chap. 4, pp. 87-113). Paris, Éditions Tec & Doc, 2008.
- [90] Food and Agriculture Organization of the United Nations FAOSTAT |© OAA Division de la Statistique, 2018.
- [91] E. J. Fox, C. J. Clanton, P. R. Goodrich, B. D. Backus, & H. A. Morris, “Liming an anaerobic cheese whey digester”. *Transactions of the ASAE*, vol. 35, no. 1, pp. 269-274, 1992.
- [92] M. Mainardis, V. Cabbai, G. Zannier, D. Visintini & D. Goi, “Characterization and BMP tests of liquid substrates for high-rate anaerobic digestion”. *Chemical and Biochemical Engineering Quarterly*, vol. 31, no. 4, pp. 509-518, 2017.
- [93] P. R. F. Rosa, S. C. Santos, I. K. Sakamoto, M. B. A. Varesche & E. L. Silva, “Hydrogen production from cheese whey with ethanol-type fermentation: effect of hydraulic retention time on the microbial community composition”. *Bioresource technology*, vol. 161, pp. 10-19, 2014.
- [94] CENTRE D’EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. “Détermination de la demande chimique en oxygène : méthode de reflux en système fermé suivi d'un dosage par colorimétrie avec le bichromate de potassium”, MA. 315 – DCO 1.1, Rév. 4, Ministère du Développement durable, de l’Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 12 p, 2016.

Annexes

Annexes

ANNEXE 1 : EFFLUENT ET INOCULUMS



Photo 1: Cuve de coagulation contenant du lactosérum doux.



Photo 2: Bouse de vache.



Photo 3 : Boues de STEP.

ANNEXE 2 : DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX



Photo 4 : Bioréacteurs de 2L pour digestion anaérobie.



Photo 5 : Bioréacteur de 5L pour digestion anaérobie.



Photo 6 : Bioréacteur de 50L pour digestion anaérobie.

ANNEXE 3 : APPAREILLAGE



Photo 7: Multi-paramètres type WTW InoLab pH Level 1.



Photo 8: Bloc chauffant pour la détermination de la DCO.



Photo 9: Centrifugeuse Type EBA21 Marque HITTICH

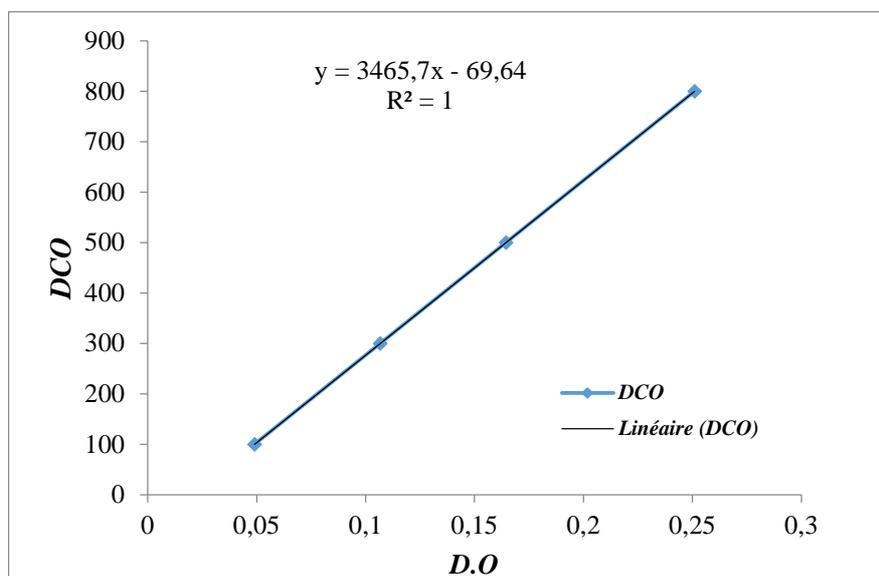


Photo 10: Four à moufle.



Photo 11: Etuve.

ANNEXE 4 : COURBE D'ETALONNAGE POUR LA MESURE DE LA DCO



ANNEXE 5 : MESURE DU BIOGAZ ET DU TAUX DE METHANE

L'analyse quantitative du biogaz produit par le digesteur à 50L a été effectuée à travers un gazomètre Ritter 0.5L.



Photo 12 : Gazomètre Ritter 0.5L

L'analyse qualitative du biogaz produit a été effectuée par un appareil de Type Multitec 540 Marque : SEWERIN.

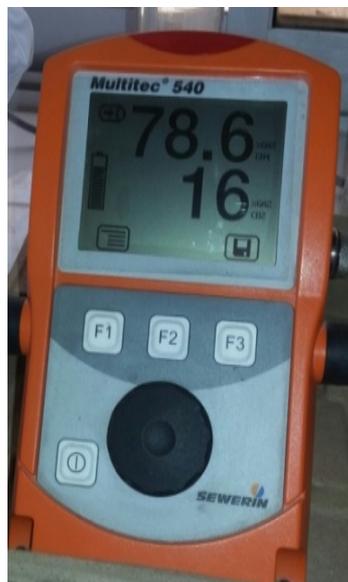


Photo 13 : Analyseur de biogaz Multitec 540 SEWERIN