

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ibn Khaldoun, Tiaret

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences de la Nature et de la Vie



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du

Diplôme de Master académique

Domaine : **Sciences de la Nature et de la Vie**

Filière : **Biotechnologie**

Spécialité : **Biotechnologie microbienne**

Présenté par :

- Abdi Wafaa
- Benkhedouda Fatima Zohra
- Cherifi Yakout

Thème

**Étude de l'effet de quelques paramètres physicochimiques
sur la production de biogaz à partir des boues de STEP**

Soutenu le **14 /07/2020**, devant le jury composé de :

Président	: Dr. Kaddar Bachir	M.C.B	Université de Tiaret
Examineur	: Dr. Yezli Wassim	M.C.A	Université de Tiaret
Encadrant	: Dr. Ali-Nehari Abdelkader	M.C.A	Université de Tiaret
Co-encadrant	: Prof Sassi Mohamed	Prof	Université de Tiaret

Année Universitaire 2020-2021

ملخص

يشكل الإنتاج اليومي للنفايات المنزلية مشاكل تلوث خطيرة؛ فإن طبيعتها المتزايدة التعقيد وغير المتجانسة تنطوي على صعوبات تتعلق بمعالجتها وإدارتها. ومن أجل حماية البيئة والصحة العامة ، توفر البيوتكنولوجيا حلاً فعالاً ليس فقط لإدارة هذه النفايات ولكن أيضاً لاستعادتها وتثمينها. تمثل هذه الدراسة مساهمة في تثمين الحمأة إلى غاز حيوي. بعد أخذ العينات والتوصيف الفيزيائي والكيميائي للحمأة المستخرجة من محطة معالجة مياه الصرف الصحي ، تم تركيب جهاز للهضم اللاهوائي . استمرت العملية لمدة 25 يومًا. كما تمت دراسة تأثيرات درجات الحرارة المختلفة ودرجة الحموضة على إنتاج الغاز الحيوي. أظهرت نتائج المؤشرات الفيزيائية والكيميائية أنها قابلة للمقارنة مع التصريفات الصناعية المعقدة التي تحتوي على مواد عضوية وغير عضوية. كان الطلب البيولوجي والكيميائي على الأكسجين 700 مغ / لتر و 3157 مغ / لتر على التوالي. كما كشف حجم الغاز الذي تم الحصول عليه عن وجود غاز قابل للاحتراق وهو الميثان الحيوي. و لوحظ تباطؤ ملحوظ في الإنتاج دون 30 درجة مئوية. كما يتناقص مع انخفاض الرقم الهيدروجيني حتى التثبيط الكلي عند أقل من 4.5.

كلمات دالة : الحمأة ؛ غاز حيوي ؛ توصيف فيزيائي كيميائي؛ درجة الحرارة ؛ pH ؛ محطة

معالجة صرف المياه الصحي

RESUME

La production quotidienne des déchets ménagers engendre de sérieux problèmes de pollution; leur nature, de plus en plus complexe et hétérogène implique des difficultés concernant leur traitement et leur gestion. Afin de protéger l'environnement et la santé publique, la biotechnologie procure des solutions efficaces non seulement pour la gestion de ces déchets mais aussi pour les valoriser. La présente étude est une contribution à la valorisation des boues en biogaz. Après le prélèvement et la caractérisation physico-chimique de la boue de la STEP, un montage d'un digesteur en mode discontinu a été réalisé. La digestion anaérobie des boues a duré 25 jours. Les effets des différentes conditions de température et de pH sur la production de biogaz ont été étudiés. Les résultats des paramètres physico-chimiques ont montré qu'ils sont comparables à des rejets industriels complexes contenant à la fois des substances organiques et inorganiques. La demande biologique et chimique en oxygène était 700 mg/L et 3157 mg/L, respectivement. Le volume de gaz obtenu a révélé la présence d'un gaz combustible qui est le biométhane. Un net ralentissement de la production a été constaté en dessous de 30°C. Comme elle décroît avec la chute du pH jusqu'à une inhibition totale au-dessous d'une valeur de pH de 4,5.

Mots clés : Boues ; Biogaz ; Caractérisation physico-chimique; Température; pH; STEP

Abstract

The daily production of household waste generates serious pollution problems; their increasingly complex and heterogeneous nature implies difficulties regarding their treatment and management. In order to protect the environment and public health, biotechnology provides effective solutions not only for the management of this waste but also for its recovery. This study is a contribution to the recovery of sludge into biogas. After sampling and physicochemical characterization of the sludge, a batch digester was assembled. Anaerobic digestion of the sludge lasted 25 days. The effects of different temperature and pH conditions on biogas production were studied. The results of the physicochemical parameters have shown that they are comparable to complex industrial discharges containing both organic and inorganic substances. The biological and chemical oxygen demand was 700 mg /L and 3157 mg / L, respectively. The volume of gas obtained revealed the presence of a combustible gas which is biomethane. A marked slowdown in production was observed below 30°C. Also, it decreases with falling pH, until total inhibition, below a pH value of 4.5.

Keywords: Sludge; Biogas; Physico-chemical characterization; Temperature; pH; PWTS.

Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu le tout puissant, le Miséricordieux, de nous Avoir donné le courage, la force, la santé et la persistance et de nous avoir permis de Finaliser ce travail.

Nous tenons d'abord à remercier très chaleureusement

Mr Ali-Nehari Abdelkader et Mr Sassi Mohamed qui nous ont fait

Confiance et nous ont permis de bénéficier de leur encadrement, de nous avoir encouragé, orienté, conseillé et aidé, nous les remercions vivement pour leur disponibilité, leur patience et leur grande générosité, tout le long de notre travail,

*Nos chaleureux remerciements vont aux **Dr. Kaddar B.** et*

Dr. Yezli W. pour l'honneur d'accepter de juger notre travail,

*Nous remercions vivement l'équipe de **l'ONA de Tiaret** et de*

Tissemsilt de nous avoir ouvert les portes de leurs stations et laboratoires pour pouvoir réaliser ce travail.

Enfin, nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont Participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je dédie cette modeste recherche

À ma très chère mère

Quoi que je fasse ou que je dise, je ne saurai point
te remercier

comme il se doit, ta présence à mes cotés a toujours été ma source
de force pour affronter les différents obstacles.

À mon très cher père

Tu as toujours été à mes cotes pour me soutenir et m'encourager.

Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection.

À mes très chers frères pour leur appui et leur encouragement.

À toute ma famille.

À ma très chère collègue CHAIB Hadjer.

À mes collègues de soutenance BENKHDOUNA Fatima Zohra et
CHERIFI Yakout.

Wafaa



Dédicaces

Je dédie cette modeste recherche

À ma très chère mère

Quoi que je fasse ou que je dise, je ne saurai point te remercier comme il se doit, ta présence à mes cotés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.

À mon très cher père(Benkhedouda Mohamed)

Tu as toujours été à mes cotes pour me soutenir et m'encourager. Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection.

A mes sœurs Aicha et Amani, et mon frère Abderrahmane

À la famille de mon mari.

À mes collègues de soutenance Abdi wafaa et chérif yakout .

Fatima



Dédicaces

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail à
ceux qui,

quel que soient les termes embrassés, je n'arriverais jamais à leur exprimer
mon amour sincère. A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir,

qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse :
ma mère Djemaa A l'homme, mon précieux offre du dieu, qui doit ma vie, ma réussite et tout mon

respect :

mon cher père Dahlab

A ma fierté mes chères sœurs Aicha et Khaldia et mon bras droit mon cher frère Ahmed

A mon frère Youcef et mon ami d'enfance Hicham et mon cher frère Aissa

À la mémoire de mon frère Ayoub, Vous n'êtes plus là où vous étiez, mais vous êtes partout là où je
suis.

A ma moitié mon fiancé Med Mahrez

Qui n'ont pas cessée de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études.

Que Dieu les protège et leurs offre la chance et le bonheur.

A l'homme qui m'a dit ma fille mon oncle Baghdâd, à cette source de tendresse Allia aucune dédicace
ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous.

A Soltana, vous étiez pour moi une maman dans sa tendresse, un enseignant dans l'éthique, une amie
dans le conseil et l'orientation qui guide ma vie.

A les princesses de notre famille Amina, Hiba, Lina, Nawel, Malak et Tassenim et notre prince Kamel

A ma deuxième famille avec qui j'ai vécu mes plus beaux moments ainsi que les pires, Kings Family
mes adorables sœurs que ma mère n'a pas accoucher Khaoula, Manel, Hanen, Fatima, Djamila,

Fadhila, Touta, Saadia, Asmaa, Faiza, Bouchraet Ines

A mes chers amis Hamid, Djamel, Abdelrezzak qui ont partagé avec moi tous les moments d'émotion

À mon binôme Wafaa et trinôme Fatima, pour son soutien et sa patience.

A tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer

Yakout

Tables des Matières

Résumés.....	ii
Tables des matières.....	ix
Liste des Abréviations.....	xi
Liste des Tableaux.....	xii
Liste des Figures.....	xii

1^{ère} partie : Introduction Générale

Introduction	1
--------------------	---

Partie expérimentale

Chapitre 1 : Matériel & Méthodes

I. Matériel et Méthodes.....	8
I. 1. Matériels et produits	8
I. 2. Zone de travail	8
I. 3. Échantillonnage	9
I. 3.1. Prélèvement.....	9
I. 3.2. Transport et conditions de conservation et	9
I.4. Caractérisation physicochimique des boues récoltées	11
I. 4.1. Détermination du pH.....	11
I. 4.2. Détermination de la CE	11
I. 4.3. Détermination de la MES	12
I. 4.4. Détermination de la DBO5	12
I. 4.5. Détermination de la DCO	13
I. 4.6. Détermination des nitrates NO_3^-	14
I. 4.7. Détermination des nitrites NO_2^-	15
I. 4.8. Détermination de l'ammonium NH_4^+	15
I. 5. Production de biogaz.....	17
I. 5. 1. Montage d'un digesteur en mode batch.....	17

I.5.2. Effet de la température et du pH sur la production de biogaz	17
I. 5.3. Identification du biogaz par le test de flamme.....	17
I.6. Analyses statistiques.....	18

Chapitre 2 : Résultats et discussions

II. Résultats et Discussions	20
II. 1. Caractérisation physicochimique des boues récoltées	20
II. 1. 1. Détermination du pH	20
II. 1.2. Détermination de la CE	21
II. 1.3. Détermination de la MES	21
II. 1.4. Détermination de la DBO5 et DCO	21
II. 1.5. Détermination de la minéralisation globale NO_3^- , NO_2^- , NH_4^+	21
II. 2. Production de biogaz.....	22
II. 2.1. Effet de la température sur la production de biogaz	23
II. 2. 1. Effet du pH sur la production de biogaz	24
Conclusion.....	26
Références bibliographiques	28
Annexes	32

Liste des abréviations

NH₄⁺ : Ion d'ammonium	GES : Gaz à effet de serre
CH₄ : Méthane	GNV : Gaz naturel pour véhicule
CO₂ : Dioxyde de carbone	HAP : Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques
CaCO₃ : Carbonate de calcium	ISDND : Installation de stockage de déchets non dangereux
HCO₃⁻ : Ion de bicarbonate	NaOH : Hydroxide de sodium
H₂SO₄ : Acide sulfurique	ONA : Office National d'Assainissement
H₂ : Dihydrogène	PC : Pouvoir calorifique
H₂S : Sulfure d'hydrogène	PCB : Polychlobiphényles
NO₃⁻ : Ion de nitrates	ppm : Partie par million
N₂ : Diazote	SEAAL : Société des Eaux et de l'Assainissement d'Alger
PO₄⁻³ : Ion phosphate	SEOR : Société des Eaux et de l'Assainissement d'Oran
CDER : Centre de développement des énergies renouvelables.	STEP : Station d'épuration des eaux usées
CET : Centre d'enfouissement technique	TAC : Titre alcalimétrique complet
COVSi : Composés organique volatils de silicium	TSH : Temps de séjour hydraulique
DBO : Demande biologique en oxygène	
DCO : Demande chimique en oxygène	
DMA : Déchets ménagers et assimilés	

Liste des tableaux

Tableau 1 :	Matériel et produits utilisés dans les différents dosages et analyses.	P.08
Tableau 2 :	Conditions physicochimique des essais de la production de biogaz	P.17
Tableau 3 :	Récapitulatif des résultats de la caractérisation physicochimique	P.20
Tableau 4 :	Effet de la température sur le rendement de production du biogaz	P.23
Tableau 5 :	Effet du pH sur le rendement de production du biogaz.	P.24

Liste des figures

Figure 1 :	Photographie de l'emplacement de la STEP dans la Wilaya de TIARET	P.10
Figure 2 :	Prélèvement de la boue - Digesteur	P.10
Figure 3 :	Photographie du pH mètre	P.16
Figure 4 :	photo du digesteur utilisé dans les analyses	P.16
Figure 5 :	Détermination de DCO et les nitrates par LCK514 et LCK340	P.16
Figure 6 :	Détermination de nitrite et d'ammonium par LCK340 et LCK303	P.16
Figure 7 :	Montage du digesteur pour la production de biogaz	P.18
Figure 8 :	Détection de biogaz par le test de flamme	P.22

Introduction Générale

Introduction Générale

Introduction générale

Aujourd'hui, la consommation d'énergie, spécialement celle des combustibles fossiles causée par le développement rapide de l'économie provoque une augmentation de la concentration de gaz à effet de serre dans l'atmosphère et entraîne des changements climatiques. D'autre part, les réserves de combustibles fossiles sont bientôt finies et, au rythme de consommation actuelle, leur épuisement doit être envisagé. Il est donc nécessaire de diminuer la dépendance aux combustibles fossiles et d'explorer les nouvelles énergies renouvelables. Le biogaz issu de méthanisation est un mélange inflammable composé principalement de méthane (CH_4) et de dioxyde de carbone (CO_2). Ce biogaz est une source d'énergie renouvelable dans la mesure où il est issu de matières organiques d'origine végétale ou animale, dont les cycles de renouvellement sont courts. La méthanisation s'avère être un outil efficace de réduction des pollutions organiques et de production d'énergie. Les premières tentatives de production de biogaz en digesteur remontent aux années 1930 avec des procédés rustiques mais fiables : digesteur batch, fosse de méthanisation, Ces procédés sont largement utilisés dans des pays en recherche de substitut énergétique aux bois de combustion (Zhang, 2011).

Dans les années 1970, suite aux deux crises énergétiques pétrolières, de nombreuses études poussées sur cette technologie ont permis le développement de nombreuses unités. Au niveau industriel et agricole, dépolluer tout en produisant une énergie utilisable a été et reste séduisant. Le succès des bioréacteurs anaérobies d'épuration s'explique par les nombreux avantages par rapport aux procédés de traitement plus conventionnels : faible production de boue, faible coût d'investissement et de maintenance, espace d'installation minimum, production de biogaz valorisable et grande adaptabilité aux effluents chargés en pollution organique (Lettinga, 1995). Cependant, beaucoup de ces bioréacteurs anaérobies utilisent une biomasse active sous la forme granulaire dense de diamètre compris généralement entre 0,5 et 2 mm Cette forme particulière confère aux boues des propriétés avantageuses : vitesse de sédimentation, rétention de la biomasse dans le système, solidité et une bonne séparation entre la boue granulaire et l'effluent traité (Hulshoff Pol *et al.*, 2004)

Le biogaz est un gaz produit par la dégradation biologique anaérobie de matière organique (appelée également méthanisation). La méthanisation un ensemble de réactions qui

Introduction Générale

peuvent avoir lieu naturellement dans certains milieux anaérobies tels que les rizières ou les marais. C'est d'ailleurs à partir de miasmes en provenance de zones marécageuses qu'Alessandro Volta isola le premier la molécule de méthane (Sohngen, 1910). En effet, lors de la digestion anaérobie, la matière organique est tout d'abord dégradée en molécules de plus petite taille, qui seront ensuite minéralisées en CH_4 et CO_2 . Ce processus séquentiel s'effectue en quatre étapes biochimiques (hydrolyse, acidogénèse, acétogénèse et méthanogènes) réalisées par différents groupes de micro-organismes. La digestion anaérobie repose sur un équilibre dynamique fragile du fait des exigences nutritives et des caractéristiques physiologiques très différentes des groupes de micro-organismes (Gourdon et Bayard, 2010). Aujourd'hui, elle peut se faire dans des conditions physico-chimiques adaptées pour optimiser la production de gaz.

L'une des manières d'obtenir du biogaz est de capter le gaz produit lors de la décomposition des matières biodégradables au sein des Installations de Stockage de Déchets Non Dangereux (ISDND). En effet, un des modes de gestion des ordures ménagères (dont environ un tiers du contenu est fermentescible (Haeusler *et al.*, 2019) est de les stocker dans des installations dédiées. Les déchets sont entreposés dans des alvéoles fermées hermétiquement. Des microorganismes sont naturellement présents dans les intrants. Toutes les conditions sont donc réunies pour que la matière se dégrade en conditions anaérobies et forme du biogaz. Une des caractéristiques du biogaz d'ISDND est la présence d'air dans sa composition. Du fait de la technique d'aspiration du gaz dans les alvéoles et de la gestion du réseau pour la limitation des nuisances olfactives, de l'air est présent dans le biogaz ce qui le dilue. Cela explique donc les teneurs en azote et oxygène plus élevées dans ce type de biogaz. La concentration en méthane d'un biogaz d'ISDND peut varier de 15 % durant une année, cette évolution étant notamment due aux variations de températures (Cherif, 2018). Dans les ISDND, celle-ci peut atteindre plus de 10 000 ppm dans certains cas, notamment dans des installations où des déchets contenant du plâtre ont été stockés.

Le biogaz d'ISDND ne devant pas être émis dans l'atmosphère, des solutions ont dû être trouvées pour l'éliminer et/ou le valoriser. La solution la plus simple consiste à le brûler dans une torchère, ce qui permet de récupérer de la chaleur utilisée pour des besoins thermiques in situ, comme l'évaporation des lixiviats. Les voies proposées étant communes aux autres types de biogaz. De plus, la valorisation du biogaz d'ISDND est recommandée, l'État incitant les

Introduction Générale

exploitants de sites à ne pas détruire ce gaz en torchère (Ministère de l'énergie et des mines, 2019).

Une autre manière d'obtenir du biogaz est de placer de la matière organique dans un digesteur fermé en conditions anaérobies durant une durée adéquate se situant généralement autour de trois à quatre semaines. Plusieurs types d'intrants peuvent être utilisés : des déchets en provenance des activités agricoles (lisiers, fumiers, résidus de récoltes, etc.), des déchets de l'industrie agro-industrielle, des boues de stations d'épuration ou encore la part fermentescible des ordures ménagères. En Allemagne, le parti pris a été de développer la méthanisation de cultures dédiées telles que du maïs ou sorgho, avec des rendements énergétiques plus importants (Boulinguez et Le Cloirec, 2011). Cette stratégie est controversée car ces cultures énergétiques peuvent faire de la concurrence à la production alimentaire. Les cultures intermédiaires à vocation énergétique (CIVE), telles que le seigle ou le maïs, peuvent être une alternative intéressante car elles ne créent pas de compétition d'usage et présentent des intérêts agronomiques et environnementaux.

Tous les substrats valorisés en méthanisation ne permettent pas d'obtenir la même quantité de biogaz pour une même masse d'intrants. En effet, à chaque matière est associé un potentiel méthanogène qui correspond, comme son nom l'indique, au volume de méthane qui peut être produit au maximum à partir d'une tonne de matière brute. Les substrats avec le meilleur potentiel méthanogène sont les tourteaux de colza et les céréales, d'où le problème de compétition d'usage (Bensmail et Touzi, 2012).

Afin d'optimiser la dégradation de la matière organique dans le digesteur, plusieurs procédés sont aujourd'hui disponibles sur le marché. Ils se séparent en deux grandes catégories : la voie sèche et la voie humide, chacune ayant ses avantages et ses inconvénients. Alors que la voie humide (moins de 15 % de matière sèche) permet une bonne homogénéisation du substrat, la méthanisation en voie sèche permet l'utilisation d'un digesteur de taille inférieure. La digestion anaérobie étant une réaction endothermique, le réacteur doit être chauffé pour assurer une bonne transformation de la matière. Trois modes de fonctionnement sont possibles selon les microorganismes mis en jeu : psychrophile entre 15 et 25°C, mésophile entre 25 et 40°C et thermophile entre 50 et 55°C. Une température plus élevée permet un temps de séjour plus court

Introduction Générale

et une hygiénisation des germes pathogènes. Cependant, l'augmentation de la température de réaction entraîne une consommation énergétique relativement importante, de l'ordre de 15 à 25 % du méthane produit pour un fonctionnement en mode mésophile. (Bayard, et Gourdon, 2010)

Selon le type d'écoulement, les digesteurs peuvent fonctionner comme des réacteurs ouverts parfaitement agités (ROPA) ou comme des réacteurs piston, pour les digesteurs fonctionnant en continu. Il est également envisageable de travailler en mode discontinu ou batch; les digesteurs sont alors remplis puis vidés séquentiellement lorsque la production de biogaz chute. Un certain nombre de paramètres sont à maîtriser pour assurer un bon fonctionnement de l'unité de méthanisation : l'absence de dioxygène, la température, le pH et la teneur en eau.

Ainsi, le biogaz peut alimenter un moteur à gaz ou une turbine qui produit de l'électricité ou la cogénération (électricité et chaleur). Lorsque l'électricité est produite seule, celle-ci est le plus souvent exportée par le réseau public. La chaleur peut être utilisée pour le chauffage des digesteurs et le reste peut servir à tout autre usage. Bien que couramment privilégiée dans le cas des décharges, cette voie reste peu utilisée en industrie. Cependant la récente augmentation du prix des énergies fossiles et du prix de rachat de l'électricité produite à partir des énergies renouvelables est en train d'influer positivement sur ce choix (Bensmail et Touzi, 2012). Dans le cas de la solution « moteur à biogaz », une désulfuration et une déshydratation seront en principe nécessaires; les performances dépendront des spécifications des motoristes (Moletta, 2011).

La chaleur de combustion du biogaz peut servir pour la production d'eau chaude, de vapeur à moyenne ou haute pression, ou bien dans des fours de procédés (Wauthélet, 2003). Chaudière au gaz naturel; le biogaz est en général utilisé en mélange avec le gaz naturel pour réduire l'impact de l'hydrogène sulfuré ; chaudière à autre combustible : le biogaz est introduit à l'aide d'un brûleur annexe (Chaudière à fuel) ou d'une lance (solide, charbon) et l'apport de biogaz ou le fonctionnement du brûleur ou de la lance doit se faire en parallèle du brûleur principal. Les calories produites dans ces conditions servent à produire de l'eau chaude utilisée soit pour réchauffer les effluents à l'entrée de la station d'épuration, soit pour un besoin en usine.

Assez répandue en Europe, la valorisation du biogaz sous forme de carburant automobile ne fait l'objet en Algérie que de quelques installations pilotes en cours d'optimisation:

Introduction Générale

Karma(Oran). Elle est destinée, pour l'instant, à l'alimentation des véhicules des collectivités locales : collecte des ordures ménagères, transport en commun. Son intérêt est à la fois économique et environnemental compte tenu de la qualité des rejets des moteurs à gaz.

Lorsqu'une unité de méthanisation se trouve à proximité d'une canalisation de gaz naturel, l'injection du biogaz dans le réseau peut être envisageable. La composition finale du biogaz injectable (teneurs en méthane, en gaz carbonique, en sulfure d'hydrogène et en oxygène) ainsi que sa pression dépendent des spécifications imposées par le réseau. Cette méthode est courante dans certains pays comme le Danemark, les Pays-Bas et la Nouvelle-Zélande (Frédéric et Lugardon, 2007).

Les boues résiduelles se présentent sous une forme liquide et avec une forte charge en matière organique hautement fermentescible. Ces deux caractéristiques sont gênantes et posent beaucoup de problèmes techniques pour leur évacuation «quelle que soit la destination », parmi lesquels leur transport et leur stockage qui conduisent souvent à des problèmes de manipulation et des nuisances olfactives. Ceci impose le choix d'une filière de traitement dès l'installation de la STEP (Jarde ,2003).

Ces derniers sont riches en éléments nutritifs et en matière organique ce qui leur confère une utilité pour l'amendement des sols agricoles. Plus particulièrement, les boues possèdent des teneurs importantes en azote, phosphore et potassium ainsi qu'en oligo-éléments (Cuivre, Magnésium, Zinc) qui ont intérêt et un rôle dans le développement des cultures. C'est à ce titre que les boues peuvent d'ailleurs être épandues (Singh *et al.*, 2004).

C'est dans ce contexte que s'inscrit ce travail de recherche dont l'objectif est la valorisation des déchets ménagers, cas des boues de STEP de Tiaret en terme de production de biogaz, ainsi qu'une contribution à l'évaluation de l'effet de quelques paramètres physicochimiques sur la production de biogaz.

Introduction Générale

Pour pouvoir réaliser cet objectif, notre protocole expérimental s'articule sur trois volets :

1. *Prélèvement et caractérisation physicochimique des boues de la STEP de Tiaret.*
2. *Valorisation des boues à travers l'essai de la production de biogaz.*
3. *Evaluation de l'effet de quelques paramètres physicochimiques sur cette production ;*
 - *Température et pH.*

Partie expérimentale

Chapitre 1

Matériel & Méthodes

I. Matériel et Méthodes :

Notre travail a pour objectif de caractériser les boues prélevées de la STEP de Tiaret pour déterminer les paramètres physicochimiques, ainsi qu'une contribution à les valoriser en biogaz et étudier l'effet de la température et de pH sur cette production.

I. 1. Matériels et produits :

Le matériel utilisé pour réaliser cette étude est composé de verreries, d'équipements et d'appareils. Il comprend aussi un ensemble de réactifs et produits chimiques qui sont mentionnés dans le tableau 01.

Tableau 1: Matériel et produits utilisés dans les différents dosages et analyses.

Verrières	Appareillage et autres	Réactifs et produits
<ul style="list-style-type: none"> • Béchers • Fioles • Éprouvettes • Pipettes graduées • Spatule • Verres de montre • Tubes à essais stériles • Flacons de 200ml • Pipettes pasteur • Pipettes graduées 	<ul style="list-style-type: none"> • pH-mètre • Centrifugeuse • Agitateur magnétique • Balance magnétique • Etuve • Four à moufle • Bec bunsen • Jerrican de 5L • Poche à urine de 2000 cm³ pour accueillir le biogaz. • Tuyau type d'aquarium de 4 mm de Diamètre • Seringue de 60 CC 	<ul style="list-style-type: none"> • Solution de H₂SO₄ 0.1N • Solution de NaOH 0.1N • Kit LCK 514 de DCO • Kit LCK 340 de nitrates • Kit LCK 303 d'ammonium • Alun de fer • Sulfite de sodium • Tellurite de potassium • Peroxyde d'hydrogène H₂O₂

I. 2. Zone de travail :

Le matériel biologique de notre étude est la boue de la STEP. La station d'épuration des eaux usées de la ville de Tiaret est située dans la commune d'Ain Bouchekif, à 4.5km à l'Est de la ville de Tiaret. Elle est accessible par le chemin de wilaya CW 07 (Figure 1). La STEP assure le traitement des eaux résiduaires et pluviales arrivées par un réseau joignant cinq principaux collecteurs, ainsi que le traitement des boues qui en résultent.

Le traitement des eaux consiste principalement à les décharger des matières solides et des huiles pour être ensuite injectées au Barrage de Dahmouni situé 25.2 Km plus loin, alors que le traitement des boues s'agit principalement de leur séchage.

I. 3. Échantillonnage :

I.3.1 Prélèvement :

Le prélèvement des échantillons des boues se fait manuellement par la luche depuis le digesteur aérobique de la STEP de la ville de Tiaret (Figure 2). La collecte a été réalisée à deux reprises ; le premier le 20/04/2021 et un deuxième prélèvement le 10/06/2021. On prélève litre par litre à la profondeur qui doit dépasser 30 cm de la surface. L'échantillon a été collecté dans le jerricane de 5L rempli au $\frac{2}{3}$ de sa capacité, puis transféré au laboratoire pour les différentes analyses et essais. Il est à noter que le prélèvement doit se faire juste au point d'entrée de la boue dans le digesteur car à ce stade, les conditions de la méthanisation sont bien réunies mais n'a pas encore débuté.

I.3.2 Transport et conditions de conservation :

Les échantillons doivent être transportés dans une glacière pour empêcher toute activité enzymatique des souches bactérienne. Il faut donc, démarrer les analyses et surtout le montage de la production de biogaz rapidement.



Figure 1 : Photographie de l'emplacement de la STEP dans la Wilaya de TIARET (*Google Maps*)



Figure 2 : Prélèvement de la boue - Digesteur (*Photo originale*)

I. 4. Caractérisation physicochimique des boues récoltées :

Dans notre travail, la caractérisation physicochimique des boues obtenues du digesteur a été réalisée en déterminant; potentiel hydrogène (pH), conductivité électrique (CE), matière en suspension (MES), demande biochimique en oxygène (DBO5), demande chimique en oxygène (DCO) et la mesure de la teneur des nitrates (NO_3^-), Nitrites (NO_2^-) et Ammonium (NH_4^+).

I.4.1 Détermination du pH :

▣ Mode opératoire (Aouali, 2013):

1. On a pris 10g de l'échantillon à analyser (boue), et les diluer dans 100ml d'eau distillée dans un bécher.
2. On a laissé le mélange agiter durant 30 min à 930 tour/s.
3. On a laissé reposer quelques minutes jusqu'au décantation de MES et flottation de partie liquide.
4. Mesurer à l'aide d'un pH-mètre préalablement étalonné par des solutions tampons (pH=7 puis pH=4) (Figure 3).

I.4.2 Détermination de la CE:

La conductivité est la propriété que possède une eau à favoriser le passage d'un courant électrique. Elle fournit une indication précise sur la teneur en sels dissous (salinité de l'eau). La conductivité s'exprime en micro Siemens par centimètre et elle est l'inverse de la résistivité qui s'exprime en ohm par centimètre. La mesure de la conductivité permet d'évaluer la minéralisation globale de l'eau (Rejsek, 2002). Sa mesure est utile car au-delà de la valeur limite de la salinité correspondant à une conductivité de 2500 $\mu\text{Sm/cm}$, la prolifération de microorganismes peut être réduite d'où une baisse du rendement épuratoire.

Mesure de la capacité d'une solution à conduire un courant électrique, liée à la concentration et la nature des substances.

▣ Mode opératoire (Amir, 2005):

1. Homogénéisation de l'échantillon non séché avec une spatule à fin d'obtenir un échantillon représentatif.
2. Poids d'échantillon (environ 10g) et mise en contact avec 100ml d'eau distillée.

3. Agitation pendant 5min à température ambiante avec un agitateur mécanique.
4. On mesure la conductivité à l'aide d'une conductivité mètre.

I.4.3. Détermination de la MES :

Elles représentent, la fraction constituée par l'ensemble des particules, organiques (MVS) ou minérales (MMS), non dissoutes de la pollution. Elles constituent un paramètre important qui marque bien le degré de pollution d'un effluent urbain ou même industriel. Les MES s'expriment par la relation suivante : $MES = 30\% MMS + 70\% MVS$. (Rodier, 2009).

▣ Principe :

La méthode par filtration puis séchage à 105°C pendant deux heures, Elle recommande l'usage de membranes en fibre de verre borosilicaté. Les matières en suspension présentes dans un volume défini(V) d'échantillon sont recueillies par filtration sur membrane à fibre de verre de poids connu (P0) puis sont pesées après séchage à 105°C pendant deux heures le filtre et son résidu (P1) (Aouali, 2013).

La différence P1-P0 correspond au poids de MES, il suffit de diviser ce poids par le volume V pour déterminer la concentration en MES, elle est donnée par l'expression suivante :

$$MES \text{ (mg/l)} = (P1-P0)/V$$

D'où :

P0 : poids initiale de filtre (1,1310g)

P1 : poids de filtre après filtration et séchage (2,8090g)

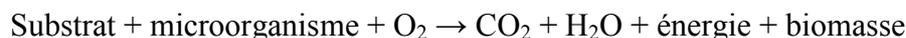
V : volume d'eau filtré en ml (20ml)

I.4.4. Détermination de la DBO5 :

La DBO5 comme étant la quantité d'oxygène consommée par les bactéries, à 20°C à l'obscurité et pendant 5 jours d'incubation d'un échantillon préalablement ensemencé, temps qui assure l'oxydation biologique d'une fraction de matière organique carbonée.

Ce paramètre mesure la quantité d'oxygène nécessaire à la destruction des matières organiques grâce aux phénomènes d'oxydation par voie aérobie. Pour la mesurer, on prend comme référence la quantité d'oxygène consommée au bout de 5 jours; c'est la DBO5 (Rodier, 2009).

Elle se résume par la réaction chimique suivante:



▣ Mode opératoire :

1. On a rempli un flacon d'incubation avec chaque échantillon en laissant légèrement déborder.
2. On a éliminé toutes les bulles adhérant aux parois.
3. On a mesuré la concentration en oxygène dissous dans chaque flacon au temps zéro.
4. On a bouché les flacons en prenant soin de ne pas emprisonner de bulles d'air.
5. On a placé les flacons dans l'incubateur et laissé à l'obscurité pendant 5 jours
6. Après incubation, on a mesuré la concentration en oxygène dissous dans chaque flacon.
7. La demande biochimique en oxygène après 5 jours (DBO5) est exprimée en milligrammes d'oxygène par litre.

I.4.5. Détermination de la DCO :

La DCO est la mesure de la quantité d'oxygène nécessaire pour la dégradation chimique de toute la matière organique biodégradable ou non contenue dans les eaux à l'aide du bichromate de potassium à 150°C. Elle est exprimée en mg O₂/L. La valeur du rapport DCO/DBO indique le coefficient de biodégradabilité d'un effluent, il permet aussi de définir son origine (Suschka et Ferreira, 1986). Généralement la valeur de la DCO est:

DCO = 1.5 à 2 fois DBO Pour les eaux usées urbaines;

DCO = 1 à 10 fois DBO Pour l'ensemble des eaux résiduaires

DCO > 2.5 fois DBO Pour les eaux usées industrielles

La relation empirique de la matière organique (MO) en fonction de la DBO5 et la DCO est donnée par l'équation suivante: $MO = (2 \text{ DBO}_5 + \text{DCO})/3$.

☒ Mode opératoire :

La DCO a été déterminée à l'aide d'un kit LCK 514 (Figure 5).

- Mélanger le contenu du tube pour homogénéiser la solution
- Ajouter soigneusement 2 ml de l'échantillon, fermer le tube et homogénéiser.
- Placer le tube dans un thermostat à 148°C pendant 2h.
- Après refroidissement, placer le tube dans la cuve du spectrophotomètre et lire la valeur affichée sur l'écran à une longueur d'onde de 605 nm.

Le calcul de la valeur de la DCO est calculé selon la formule:

$$\text{DCO (mg/l)} = \frac{\text{Valeur lue} \times \text{Facteur de dilution}}{\text{La prise d'essai}}$$

I.4.6. Détermination des nitrates NO_3^- :

Les nitrates sont la forme la plus oxydée de l'azote présent dans les sols et les eaux, ils sont issus de la nitrification de l'azote ammoniacal. Sous sels minéraux très solubles et très mobiles, ils représentent les principaux apports azotés des plantes et des microorganismes du sol. En milieu pauvre en oxygène, les nitrates subissent une dénitrification par des bactéries dénitrifiantes afin d'en tirer l'oxygène nécessaire à leur respiration, les nitrates sont transformés en nitrites puis en oxydes d'azote gazeux (NO et NO_2) et finalement en diazote atmosphérique inerte N_2 .

Les nitrates ont été dosés avec des kits LCK 340 (Figure 5).

☒ Mode opératoire :

- Ajouter 1ml de boue à 9 ml d'eau distillée et agiter soigneusement.
- Prélever 0.2ml de l'échantillon et ajouter dans le tube.
- Ajouter 1 ml de la solution A, fermer le tube et agiter soigneusement.
- Attendre 15 min et placer le tube dans la cuve du spectrophotomètre et lire la valeur affichée sur l'écran à une longueur d'onde de 345 nm.

Le calcul de la concentration des nitrates se fait suivant la formule suivante:

$$\text{NO}_3^- \text{ mg/l)} = \frac{\text{Valeur lue} \times \text{Facteur de dilution}}{\text{La prise d'essai}}$$

I.4.7. Détermination des nitrites NO_2^- :

Les nitrites réagissent avec la sulfanilamide pour former un composé diazoïque qui, après copulation avec la N-1-Naphtyléthylène diamine dichlorure donne naissance à une coloration rose mesurée à 543 nm.

Les nitrates ont été dosés avec des kits LCK 340 (Figure 6).

☒ Mode opératoire :

- Dans une fiole jaugée introduire 1ml de l'échantillon à analyser
- Ajouter de l'eau distillée pour amener le volume à environ 40ml.
- Prévoir une fiole avec 40ml d'eau distillée pour le blanc réactif.
- Ajouter 5ml d'acide phosphorique
- Ajouter 1 ml du réactif mixte
- Compléter jusqu'au 50ml avec de l'eau distillée
- Au moins 20mn après l'ajout du réactif.
- L'apparition de la coloration rose indique la présence des nitrites.

Le calcul de la concentration des nitrates se fait suivant la formule suivante:

$$\text{NO}_2^- \text{ (mg/l)} = \frac{\text{Valeur lue} \times \text{Facteur de dilution}}{\text{La prise d'essai}}$$

I.4.8. Détermination de l'ammonium NH_4^+ :

Durant la minéralisation des matières organiques, l'azote organique est transformé en azote ammoniacal, qui par la suite subit une nitrification où il sera transformé en nitrates et en nitrites par l'action des bactéries nitrifiantes comme Nitrobacter et Nitrosomonas spp.

Le dosage de l'ammonium a été effectué par des kits LCK 303

☒ Mode opératoire :

- Ajouter 1ml de boue à 9 ml d'eau distillée, agiter soigneusement.
- Prélever 0.2ml de l'échantillon et l'ajouter dans le tube.
- Homogénéiser le tube et attendre 15 min
- Placer le tube dans la cuve du spectrophotomètre et lire la valeur affichée sur l'écran à une longueur d'onde de 694 nm.

Le calcul de la concentration de l'ammonium se fait suivant la formule suivante:

$$\text{NH}_4^+ \text{ (mg/l)} = \frac{\text{Valeur lue} \times \text{Facteur de dilution}}{\text{La prise d'essai}}$$



Figure 3: pH mètre (photo originale)



Figure 4: photo du digesteur utilisé dans les analyses (photo originale)



Figure 5 : Détermination de DCO et les nitrates par LCK514 et LCK340 (photo originale)



Figure 6: Détermination de nitrite et d'ammonium par LCK340 et LCK303 (photo originale)

I. 5. Production de biogaz :

I. 5. 1. Montage d'un digesteur en mode batch :

Nous avons mis les boues prélevées dans un bidon d'une capacité de 5L (rempli au $\frac{2}{3}$) comme étant un digesteur en mode batch (Figure 7). Le bidon a été relié par une poche à urine destinée à la récupération du biogaz produit. Le "digesteur" est maintenu dans une étuve à des températures différentes.

I. 5. 2. Effet de la température et du pH sur la production de biogaz:

Afin d'étudier l'effet de la température sur le rendement de la production de biogaz, trois différentes température ont été fixées dans l'étuve avec une valeur constante du pH. La même chose pour le pH, trois valeurs d'acidité ont été testées avec la même température mésophile comme il est indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2 : Conditions physicochimique des essais de la production de biogaz

	pH		
35 °C	4,5	7,2	8,6
	Température (°C)		
pH = 7,2	20	30	35

I. 5. 3. Identification du biogaz par le test de flamme:

En raison de non disponibilité de la Chromatographie à Phase Gazeuse (CPG), nous avons opté pour le test de la flamme, du fait que le biométhane est le seul composé combustible du mélange gazeux récupéré dans la poche.

Le test a été réalisé à la fin de l'essai en exerçant une pression sur la poche pour faire sortir le volume du biogaz aux alentours d'une flamme allumée. Si la flamme va tenir autour du gaz, on va estimer le test positif d'où la présence du biométhane dans le mélange. Et le test sera estimé négatif dans le cas opposé.

I.6. Analyses statistiques :

L'analyse statistique est effectuée en utilisant le logiciel statistique informatisé STATISTICA. Tous les analyses et dosages des échantillons ont été réalisés en triplet dans un ordre aléatoire et des moyennes ont été considérées (sous forme de moyenne \pm écart type).



Figure 7: Montage du digesteur pour la production de biogaz (Photo originale)

Chapitre 2

Résultats & Discussions

II. Résultats et Discussions :

Dans cette partie, nous allons présenter et interpréter les résultats obtenus des différents dosages et analyses réalisés afin d'évaluer la qualité physicochimique de la boue récoltée de la STEP, d'une part. Et d'évaluer l'effet de la température et de pH sur la production du biogaz d'autre part.

II.1. Caractérisation physicochimique des boues récoltées:

Pour les résultats de notre recherche, les teneurs de quelques paramètres caractérisant les échantillons des boues sont résumées sur le tableau 3.

Tableau 3 : Récapitulatif des résultats de la caractérisation physicochimique

Paramètre	Moyenne des résultats	Norme (règlementation Algérienne)
<i>Température (°C)</i>	25	30
<i>PH</i>	6,90	6,5 -8,5
<i>Conductivité (ms /cm)</i>	0,08	2,8
<i>MES (g/l)</i>	4,195	35 mg/l
<i>DBO5 (mg O₂ /L)</i>	700	40
<i>DCO (mg O₂ /L)</i>	3157	120
<i>NO₃⁻ (mg/l)</i>	61,3	50
<i>NO₂⁻ (mg/l)</i>	0,8	50
<i>NH₄⁺ (mg/l)</i>	67,7	20

II.1.1. Détermination du pH :

Le pH joue un rôle important dans la croissance bactérienne des espèces présentes dans la boue anaérobie. L'ion H⁺ présent dans le milieu est toxique pour la plupart des micro-organismes qui rechercheront plutôt un milieu avec un pH proche de la neutralité (Bitton 1994).

Dans notre étude, la valeur du pH de la boue avant la digestion anaérobie a été trouvée au voisinage de 6.90 ± 0.7 . Le pH est un bon paramètre pour différencier la phase acidogène et la phase méthanogènes. Ce qui montre que dans nos échantillons, ils sont en période de

méthanogènes, cette valeur moyenne trouvée respecte la norme qui est comprise entre 6,5 et 8,5.

II.1.2. Détermination de la CE:

La conductivité électrique donne une idée sur la salinité du milieu. D'autre part, la mesure de la CE apporte une information globale sur la quantité des cations et anions présentes dans les boues. C'est un paramètre qui permet l'évaluation de la charge minérale polluante présente dans l'effluent (Aouane et Bradai, 2016). La mesure de la CE des boues analysées a donné une valeur de 0.08 us. Une valeur qui n'est pas loin des normes Algérienne.

II.1.3. Détermination de la MES :

La ME a été calculé d'abord dans un volume de 20 ml et qui a donné une valeur de 0,0839 g/ 20ml, puis nous avons déduit la valeur dans un litre (4,195g/l). La norme de la ME dans les eaux usées est fixée en 35 mg/l (Metahri, 2012).

II.1.4. Détermination de la DBO5 et la DCO :

La DBO5 est la quantité d'oxygène (mg/l) consommée pendant 5 jours par des micro-organismes au cours de la dégradation de la matière organique à une température de 20°C et à l'obscurité. Ces deux paramètres donnent une idée sur l'état de la pollution organique dans les échantillons.

Les résultats de l'analyse de ces deux paramètres nous ont permis de constater une double pollution : une pollution organique traduite par une forte charge de la DCO de l'ordre de 3157 mg/l d'O₂ et la DBO5 est de l'ordre de 700 mg/l d'O₂.

II.1.5. Détermination de la minéralisation globale NO_3^- , NO_2^- , NH_4^+ :

Il a été rapporté que les eaux usées en générale contiennent des (NO_3^-) et souvent très peu de (NO_2^-). Ces derniers, constituent une étape importante dans la métabolisation du composé azoté et s'insèrent dans le cycle de l'azote entre les ions (NH_4^+) et les (NO_3^-) (Sophie, 2006). Leur présence est due soit à l'oxydation bactérienne de l'ammoniac, soit à la réduction de nitrates. Ils ne représentent qu'un stade intermédiaire et sont facilement

oxydées en nitrates (Aouane et Bradai, 2016). Nos résultats montrent un taux élevé des (NO_3^-) avec une valeur moyenne de 61,3 mg/l. Une valeur qui dépasse celle de la norme. Alors que les valeurs trouvées pour les nitrites et l'ammonium sont 0,8mg/l et 67,7 mg/l respectivement.

II. 2. Production de biogaz :

Après la digestion d'une durée de 25 jours, il a été constaté un volume de 4500 ml de gaz. Il s'agit des proportions différentes des gaz (CO_2 , H_2 , N_2 , H_2S) et d'autres gaz et composés à des concentrations plus faibles (Moletta, 2011). Laski, (2016) a rapporté un volume de 4586 ml pour une durée de 25 jours de digestion. La détection du biogaz obtenu a été réalisée par le test de la flamme qui était positif (Figure 8).

NB : Il est à noter que la quantité totale du biogaz produit n'a pas été mesurée avec exactitude, nous avons estimé le volume selon la capacité de la poche utilisée.



Figure 8: Détection de biogaz par le test de flamme (*Photo originale*)

II. 2. 1. Effet de la température sur la production de biogaz:

Les résultats de l'étude de l'effet de la température sur le rendement de la production de biogaz sont représentés dans le tableau 4. Dans le pH neutre au voisinage de 7,2, la température qui a donné le volume le plus important était 35°C. Alors qu'à 20°C, non seulement le volume était très faible mais aussi, le test de flamme était négatif.

Toute l'activité enzymatique des bactéries dépend de la température. Il convient de respecter les limites biologiques des micro-organismes selon leur appartenance à un groupe ; psychrophile, mésophile ou thermophile. Dans la majorité des cas, les installations industrielles fonctionnent dans des conditions mésophiles entre 20 et 40 °C. Dans les bioréacteurs, un changement de conditions mésophiles (température de 30 à 40°C) à thermophiles (température de 50 à 60°C) peut causer des modifications structurelles aussi importantes que celles générées par la source de substrat (Macario et De Macario, 2001).

Ainsi, Bitton (1999) a remarqué que les bactéries méthanogènes se développent en 3 jours à 35°C alors que le temps de croissance est de 50 jours à 10°C (conditions psychrophiles). Lorsque la température du réacteur est au dessous de 30°C, l'activité des bactéries méthanogènes est fortement réduite.

D'autres études ont également été réalisées pour étudier l'influence de faibles températures sur la performance des bioréacteurs à boues anaérobies (Angenent *et al.*, 2001) ; en dessous de 30 °C, il a été noté un net ralentissement de l'activité des bactéries; seulement 35 % de l'activité à 35 °C subsiste à une température de 20 °C. Ce qui confirme nos résultats.

Tableau 4 : Effet de la température sur le rendement de production du biogaz.

	pH = 7,2		
	20 °C	30 °C	35 °C
<i>Volume produit (ml)</i>	1000	3000	4500
<i>Test de flamme</i>	Négatif	Positif	Positif

II. 2. 2. Effet du pH sur la production de biogaz:

Les résultats de l'étude de l'effet du pH sur le rendement de la production de biogaz sont représentés dans le tableau 5. Sous une température constante au voisinage de 35°C, le pH qui a donné le volume le plus important était 7,2. Alors qu'à 4,5 de pH, non seulement le volume était très faible mais aussi, le test de flamme était négatif.

Ces résultats sont en concordance avec ceux de Bitton, (1999) qui a rapporté que les bactéries productrices de méthane peuvent fonctionner, au mieux de leurs capacités, dans un intervalle très restreint de pH, compris entre 6,7 et 7,4. Et que leur activité décroît avec la chute du pH jusqu'à une inhibition totale au-dessous d'une valeur de pH de 4,5. Une régulation du pH peut s'avérer nécessaire pour favoriser la réaction d'acidification, particulièrement dans le cas d'effluents fortement chargés en matières organiques.

Sous des conditions opératoires normales, la réduction du pH causée par les bactéries productrices d'acides peut être tamponnée par les hydrogencarbonates produits par les bactéries génératrices de méthane. Si la suspension de boues granulaires n'est pas bien tamponnée, il se crée une limitation de diffusion des protons générant un gradient de pH dans les granules. En effet, la mesure du profil des pH à l'intérieur des granules dans une suspension de faible capacité tampon, a montré que les valeurs de pH à plusieurs profondeurs de granules sont plus faibles que le pH du surnageant tamponné (Lens et al., 1995).

Tableau 5 : Effet du pH sur le rendement de production du biogaz.

	35 °C		
<i>pH</i>	4,5	7,2	8,6
<i>Volume produit (ml)</i>	600	4500	4000
<i>Test de flamme</i>	Négatif	Positif	Positif

Conclusion

Conclusion

Dans ce travail, nous avons réalisé une caractérisation physico-chimiques des boues de la STEP de Tiaret Ainsi qu'une contribution à leur valorisation en biogaz et l'étude de l'effet de la température et de pH sur le rendement de cette production. La production de biogaz est considérée comme une énergie alternative qui s'inscrit dans le cadre de la stratégie des énergies renouvelables au même titre que l'énergie éolienne. Une énergie qui vient apporter, en partie, une solution à la forte dépendance des différents secteurs à l'égard des produits d'hydrocarbures dont les impacts sur l'environnement sont dénoncés par la communauté internationale.

Les analyses pour la caractérisation physico-chimiques des boues de la STEP de Tiaret ont montré que se sont comparables à des rejets industriels complexes contenant à la fois des substances contaminantes organiques et inorganiques. Les taux trouvés de nitrates (NO_3^-), DBO et DCO ont dépassé les normes avec un taux de 61,3 mg/l, 700 mgO_2 /l et 3157 mgO_2 /l, respectivement. Les teneurs élevés des différents paramètres ont donné une idée sur la composition en matière organique et inorganique.

Quant à l'essai de production de biogaz, le test de la flamme à permis de confirmer la présence d'un gaz combustible qui est éventuellement le biométhane. La température qui a donné le volume le plus important était 35°C dans ph neutre au voisinage de 7,2. Alors qu'à 20°C, non seulement le volume était très faible mais aussi, le test de flamme était négatif. De meme, le pH qui a donné le volume le plus important était 7,2. Tan disque, au pH 4,5, non seulement le volume était très faible mais aussi, le test de flamme était négatif. De ce fait, les bactéries productrices de méthane peuvent fonctionner, au mieux de leurs capacités, sous des températures mésophiles et dans un intervalle très restreint du pH, compris entre 6,7 et 7,4.

Les résultats obtenus à l'issue de ce travail confirment l'intérêt d'étudier les différentes possibilités de la valorisation des déchets publics. D'une part, pour réduire leur quantité énorme et par conséquent leur impact négatif sur l'environnement et la santé publique. Et d'autre part, pour les utiliser comme substrat afin de les transformer en produits d'intérêt économique. Cette source d'énergie alternative ouvre la voie à de nouveaux horizons.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- 📖 Amir, S. (2005). contribution à la valorisation de boues de stations d'épuration par compostage : devenir des micropolluants métalliques et organiques et bilan humique du compost. Thèse de doctorat.
- 📖 Angenent L.T., Banik G.C., Sung S.W. (2001). Anaerobic migrating blanket reactor treatment of low-strength wastewater at low temperatures. *Water Environ. Res.*, 73, pp. 567 - 574.
- 📖 Aouali, H ; Benzohra, Z ; Si tayeb, A (2013). Étude de la station d'épuration des eaux usées de la route d'Ain Bouchekif. Mémoire de master. Université de Tiaret, Algérie.
- 📖 Aouane M. et Bradai H. (2016). Analyse bactériologique de lixiviat issu du centre d'enfouissement technique de corso avant et après traitement par osmose inverse (OI). Mémoire de Master. Université Mhamed Bougara de Boumerdès, Algérie
- 📖 Bayard, R ; Gourdon, R. (2010). Traitement biologique des déchets (Ouvrage),
- 📖 Bensmail L, & Touzi A, (2012). Valorisation De La Biomasse à Des Fins énergétiques : Contribution De La Production De Biogaz Au Développement Durable, *Journal of Scientific Research*, Volume 2, Numéro 3.
- 📖 Boulinguez, B ; Le Cloirec, P. (2011). Purification de biogaz Élimination des COV et des siloxanes.
- 📖 Cherif, H. (2018): Study and modeling of separation methods H₂S from methane, selection of a method favoring H₂S valorization. Thèse de doctorat. Université de Paris, France.
- 📖 Frédéric S ; Lugardon A. (2007). Méthanisation des effluents industriels liquides. *Génie des Procédés*, JB5, pp. J3943.1 - J3943.13.
- 📖 Gourdon, R ; Bayard, R. (2010). Traitement biologique des déchets. *Tech. Ing. Gest. Déchets*. Base : TIB437DUO,
- 📖 Haeusler, L ; Hestin, M ; Talpin, J. (2019): Déchets chiffres clés - L'essentiel 2018 (Rapport). ADEME.

Références Bibliographiques

- 📖 Hulshoff Pol L.W ; Castro Lopes S.I ; Lettinga G ; Lens P.N.L. (2004). Anaerobic sludge granulation. *Water Res.*, 38, pp. 1376 – 1389.
- 📖 Jarde, & al., (2003) Characterization of sewage sludge-derived organic matter: lipids and humic acids. *Org. Geochem.* 34 (4), 615 – 627.
- 📖 Lens P., de Beer D., Cronenberg C., Ottengraf S., Verstraete W. (1995). The use of microsensors to determine population distributions in UASB aggregates. *Water Sci. Technol.*, 31(1), pp. 273 - 280.
- 📖 Lettinga G. (1995). Anaerobic digestion and wastewater treatment systems. *Anton. Leeuw. Int. J. G.*, 67(1), pp. 3 - 28.
- 📖 Macario A.J., De Macario E.C. (2001). The molecular chaperone system and other antistress mechanisms in archaea. *Front. Biosci.*, 1(6), pp. 262 - 283.
- 📖 Metahri Mohammed Saidi (2012). élimination simultanée de la pollution azotée et phosphatée des eaux usées traitées cas de la STEP Est de la ville de Tizi –Ouzou , thèse doctorant , université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, p67-92-110.
- 📖 Ministère de l'énergie et des mines, (2019). *Energies Nouvelles, Renouvelables et Maîtrise de l'Énergie*, 2019. Disponible à l'adresse: www.enery.gov.dz.
- 📖 Moletta R, (2011). *La méthanisation* 2e édition, Lavoisier, 11 rue Lavoisier F75000 Paris, France..ISBN: 978-2-7430-1271-7.
- 📖 Rejsek, F. (2002). *Analyse des eaux : aspects réglementaires et techniques* (Livre)
- 📖 Rodier, J ; Bazin C ; Broutin J ; Chambon P. (2009). *L'analyse d'eau : Eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer* .9^{ème} édition. Dunod .Paris.
- 📖 Singh & al., (2004). Impact assessment of treated/untreated wastewater toxicants discharged by sewage treatment plants on health, agricultural, and environmental quality in the wastewater disposal area, *Chemosphere* 55 (2004) 227-255.
- 📖 Söhngen, N.L.: Sur le rôle du Méthane dans la vie organique (1910). *Recl. Trav. Chim. Pays-Bas Belg.* 29, 238-274.
- 📖 Sophie V. (2006). *Etude comparative de l'efficacité des traitements d'épuration des eaux usées pour l'élimination des micro-organismes pathogènes*. Institut de Gestion de l'Environnement et d'Aménagement du Territoire, Université Libre de Bruxelles,

Références Bibliographiques

- 📖 Suschka. J et Ferreira. E. (1986). Activated sludge respirometric measurement.
- 📖 Wauthelet M. (2003). Traitement anaérobie des boues et valorisation du biogaz. Séminaire International sur la réutilisation des eaux usées traitées et des sous-produits de l'épuration, Tunis, pp. 24 - 25.
- 📖 Zhang, j. b. (2011). Procédé de traitement anaérobie des boues et de valorisation du biogaz. *Thèse de doctorat*. Institut National Polytechnique De Lorraine

Annexes

Annexe 1

Modes opératoires et réactifs utilisés pour le dosage des paramètres physico-chimiques

1. Dosage des Nitrites (NO₂-) ISO 6777-1984

▪ **Principe**

Les nitrites réagissent avec la sulfanilamide pour former un composé diazoïque qui, après copulation avec la N-1-Naphtyléthylène diamine dichlorure donne naissance à une coloration rose mesurée à 543 nm.

▪ **Réactifs**

- Réactifs mixte
- Sulfanilamide
- Acide phosphorique
- N-1- Naphtyléthylène diamine
- Eau distillé

▪ **Appareillage**

Spectrophotomètre UV-Vis

▪ **Mode opératoire**

- Dans une fiole jaugée introduire 1ml de l'échantillon à analyser
- Ajouter de l'eau distillée pour amener le volume à environ 40ml.
- Prévoir une fiole avec 40ml d'eau distillée pour le blanc réactif.
- Ajouter 5ml d'acide phosphorique
- Ajouter 1 ml du réactif mixte
- Compléter jusqu'au 50ml avec de l'eau distillée
- Au moins 20mn après l'ajout du réactif.
- L'apparition de la coloration rose indique la présence des nitrites.

▪ **Expression des résultats**

Effectuer la lecture sur le photomètre à $\lambda = 543$ nm.

La teneur en nitrates est déduite du graphe d'étalonnage.

Annexes

2. Dosage des Nitrates (NO₃-) - Méthode au réactif Sulfophinique (Norme AFNOR NF T 90 102)

▪ Principe

En présence de salicylate de sodium et après traitement en milieu alcalin, les nitrates donnent du paranitrosalicylate de sodium coloré en jaune et susceptible d'un dosage colorimétrique.

▪ Réactifs

- Acide sulfurique.
- Solution de NaOH.
- Salicylate de sodium.
- Solution de tartrate.

▪ Appareillage

Photomètre UV-visible

▪ Mode opératoire

- Prendre 10 ml de l'échantillon à analyser, ajouter 2 à 3 gouttes de NaOH et 1 ml de
- Salicylate de sodium, et faire évaporer à sec à 88°C.
- Laisser refroidir et ajouter 2 ml d'acide sulfurique puis attendre 10 min.
- Ajouter 15 ml d'eau distillée et 15 ml de solution tartrate double qui développe
- couleur jaune.
- Compléter à 50 ml avec de l'eau déminéralisée.
- Effectuer la lecture sur le photomètre à $\lambda = 415 \text{ nm}$.
- La teneur en nitrates est déduite du graphe d'étalonnage.

3. Dosage des l'Azote Ammoniacal (NH₄⁺) ISO 7150/1-1984

▪ Principe

Mesure spectrophotométrique à 655nm du composé bleu formé par réaction de l'ammonium avec les ions salicylate et hypochlorite en présence de nitroprussiate de sodium comme catalyseur.

▪ Réactifs

Réactif A

- Acide dichloroisocyanurique.
- Hydroxyde de sodium.
- Eau distillée

Annexes

Réactif B

- Tri citrate de sodium.
- Salicylate de sodium.
- Nitroprussiate de sodium.
- Eau distillée
- **Appareillage**

Spectrophotomètre UV-V

- **Mode opératoire**
- Faire une dilution de l'échantillon à analyser (dilution à 100).
- Prélever 40 ml de cette dernière solution et ajouter 4ml de réactif A+ 4 ml de réactif B
- Compléter jusqu'à 50 ml par de l'eau distillée
- Prévoir une fiole avec 50 ml d'eau distillée pour le blanc réactif
- Laisser reposer pendant 1h 30 mn
- Effectuer la lecture spectre photométrique à 655 nm.
- Expression des résultats : le résultat est donné directement en mg/l.

4. Dosage des Ortho phosphates (PO_4^{3-}) ISO 6878/1-1986

- **Principe**

Cette méthode est basée sur le fait que les ions (SO_4^{2-}) se précipitent en milieu acide et en présence du chlorure de baryum (BaCl_2) pour former (BaSO_4).

- **Réactifs**

- Chlorure de baryum.

- **Réactif mixte**

- Heptamolybdate d'ammonium.
- Eau distillée
- Tartrate de potassium d'antimoine hemihydraté.
- Eau distillée.
- Acide sulfurique pur.
- Eau distillée

- **Mode opératoire**

- Prélever 20 ml de l'échantillon à analyser dans une fiole de 25ml, après une dilution
- à 100ml.
- Ajouter 1ml de l'acide ascorbique et bien agiter.

Annexes

- Rajouter 4ml de réactif mixte
- Attendre 30 minutes pour effectuer la lecture sur le photomètre à $\lambda=880$ nm.
- La teneur en ortho phosphates est déduite du graphe d'étalonnage.
- **Expression des résultats :** le résultat est donné directement en mg/l.

5. Détermination de calcium (Ca^{2+}) et de magnésium (Mg^{2+})

▪ Principe

Le calcium est dosé avec une solution aqueuse d'E.D.T.A à pH compris entre 12-13. Ce dosage se fait présence de MUREXIDE.L'E.D.T.A réagit tout d'abord avec les ions de calciums libres, puis avec les ions calcium combiné avec l'indicateur qui vire alors de la couleur rouge à la couleur violet.

▪ Réactifs

- EDTA (3,725g) après déshydratation à 80°C pendant 2h.

- Eau distillée

▪ Solution d'hydroxyde de sodium(NaOH) 2N

- NaOH (pastilles) 80g

- Eau distillée

▪ Solution d'hydroxyde d'ammonium (NH_4OH) pH=10,1

- Chlorure d'ammonium (67.5g)

- NaOH (25%) 570ml

- HCl concentré

- Eau distillée

▪ Solution mère de Ca^{+2} à 100mg/l. 729,6 ml→32%

▪ Mode opératoire

Ca^{+2} :

- Prendre 50ml d'eau à analyser

- Ajouter 2 ml de NaOH à 2N

- Ajouter du murexide

Mg^{2+} :

- Et titre avec l'E.D.T.A jusqu'au virage (violet)

- Prendre 50 ml d'eau à analyser

- Ajouter noir Eriochrome

- Et titrer avec L'E.D.T.A. jusqu'au virage (bleu).

Annexe 2

Traitements effectués au niveau de la STEP de Tiaret

Traitement des eaux:

Prétraitement

L'objectif de cette première étape est de séparer les différentes matières solides et les huiles présentes dans l'eau grâce à leur passage successif dans différents engins.

- **Dégrillage:** Les grilles composant le dégrilleur permettent de piéger les composés solides selon leur taille. Le premier bâtiment de la STEP contient deux dégrilleurs avec des grilles écartées par 30 mm d'espace appelés dégrilleurs gros, deux bandes de transporteuses pour les déchets évacués et trois pompes de relevage. Les eaux sont ensuite dirigées vers un deuxième bâtiment où se trouvent deux autres dégrilleurs avec un espace entre les grilles de 8mm, appelés dégrilleurs fins et une presse laveuse qui permet de compacter et de laver les déchets piégés par les dégrilleurs fins.
- **Déssablage déshuilage:** Le déssablage permet de débarrasser les eaux usées des particules de sable et de gravier par sédimentation. La première section du déssableur contient des bulles d'air obtenues par insufflation d'air, elles permettent d'entraîner le sable et le gravier vers le fond. Le mélange eau-sable déposé au fond du déssableur sera ensuite aspiré par deux pompes vers la chambre à sable puis mené vers le classificateur où les eaux seront extraites du sable.
Au même moment, l'insufflation d'air permet de faire remonter les graisses et les huiles à la surface des eaux qui seront accumulées à l'aide d'un racleur puis pompées vers l'épaississeur, il s'agit du déshuilage.

Traitement primaire

L'objectif de cette étape est de faire décanter les eaux usées afin de les séparer des boues. Cette étape s'effectue dans un décanteur, il existe deux types de décanteurs : un décanteur primaire et un décanteur secondaire.

- **Décantation primaire:** La station possède deux décanteurs primaires d'un volume de 2168.5m³. La décantation permet de séparer les matières en suspension des eaux par l'effet de la pesanteur pour obtenir une eau plus au moins éclairée. Ainsi, les matières en suspension déposées au fond du bassin, et qui constituent les boues, seront pompées vers l'épaississeur, et les eaux seront dirigées vers des puits collecteurs pour être destinées à la sortie de la STEP.

Annexes

Traitement des boues

Les traitements effectués sur la boue au niveau de la STEP englobent l'épaississement et le séchage.

- **Épaississement:** La STEP possède 2 épaisseurs, le premier à une capacité de 2162.48 m³ et le deuxième de 1491.5m³. L'épaississement permet la réduction du volume des boues en réduisant leur volume d'eau.

La stabilisation aérobie des boues stockées par insufflation d'air pendant de longues durées, car en présence d'oxygène le pouvoir fermentescible des boues diminue et les odeurs désagréables issues du métabolisme des flores bactériennes ne se développent pas.

- **Séchage:** Après stabilisation, les boues subissent un séchage soit par déshydratation mécanique durant les périodes de froid, soit naturelle dans les deux lits de séchage quand les températures climatiques le permettent.

Annexe 3

Composition de biogaz

Le biogaz est un mélange de différents gaz dont les proportions peuvent varier.

- Le méthane (CH₄) est le composant majoritaire du biogaz. Il possède une forte valeur énergétique (802kJ/mol) et aussi un fort pouvoir réchauffant (25 fois plus fort que celui du CO₂).
- Le dioxyde de carbone (CO₂) est un gaz non corrosif n'ayant pas de valeur énergétique. Pour une valorisation sur chaudière ou sur moteur de cogénération, il est conservé. Pour une valorisation en biogaz carburant ou en injection sur le réseau de gaz, il doit être ôté par des systèmes d'épuration.
- L'hydrogène sulfuré (H₂S) est un gaz issu du catabolisme des acides aminés soufrés. C'est un gaz dangereux car son inhalation est mortelle. Ce gaz, lors de sa combustion, engendre de l'acide sulfhydrique qui endommage les éléments de valorisation (chaudières ou moteurs).
- La vapeur d'eau (H₂O) est également présente dans le biogaz. Généralement à saturation dans le biogaz brut, elle peut lorsqu'elle passe à l'état liquide endommager les éléments de valorisation du biogaz (électrovannes, détendeurs, brûleurs...).
- Des siloxanes peuvent être trouvés dans le biogaz. Il s'agit de dérivés du silicium issus le plus généralement de la dégradation des produits cosmétiques. Les biogaz de décharges (ISDN) sont souvent riches en siloxanes ; les biogaz agricoles en sont exempts. Ils peuvent être très nuisibles aux éléments de valorisation du biogaz car ils vitrifient à haute température dans les corps de chauffe des chaudières biogaz ou dans les cylindres des moteurs de cogénération.

Le tableau ci-dessous représente les variations de composition d'un biogaz agricole brut en méthanisation psychrophile.

Type de gaz	Proportion
Méthane – CH ₄	55 – 75%
Dioxyde de carbone – CO ₂	25 – 45%
Hydroxyde de soufre H ₂ S	500 – 8000 ppm
Dioxygène - O ₂	0 – 1%
Vapeur d'eau - H ₂ O	Saturation

Seuils de toxicité et variations de concentration d'H₂S dans le biogaz

L'hydrogène sulfuré est un gaz particulièrement dangereux car son inhalation peut être mortelle. Il possède une odeur caractéristique « d'œuf pourri » à faibles concentrations ce qui permet de le détecter aisément. Lorsque la concentration augmente, il sature les récepteurs olfactifs du nez et devient inodore. C'est à ce moment qu'il devient dangereux car, à forte concentration, il est mortel.

Annexes

Le tableau ci-dessous (source : INERIS), présente les « seuils des effets létaux » qui correspondent à la concentration maximale pour un temps d'exposition donné en dessous de laquelle chez la plupart des individus, on n'observe pas de décès.

TEMPS (min)	CONCENTRATION	
	mg/m ³	ppm
1	2 129	1 521
10	963	688
20	759	542
30	661	472
60	521	372

Élément de sécurité : lors de toute intervention dans des espaces confinés, il est indispensable de travailler à deux et que chaque opérateur dispose d'un détecteur portable d'H₂S doté d'une alarme.

C'est le taux de soufre sous forme organique des intrants qui influe sur le taux d'H₂S dans le biogaz. En effet, l'introduction dans un digesteur de protéines soufrées (typiquement des tourteaux de colza) permet d'observer rapidement une augmentation de la concentration d'H₂S dans le biogaz. Sans traitement, le biogaz brut issu de la digestion de lisiers ou des boues de stations d'épuration peut dépasser les 10 000 ppm. La digestion des graisses par exemple, produit un gaz pauvre en H₂S.

Variations du taux de méthane dans le biogaz

Différents éléments influent sur le taux de méthane du biogaz brut et donc sur son pouvoir calorifique.

La qualité des réseaux : des réseaux de biogaz non étanches mis en dépression peuvent aspirer de l'air et donc de l'azote et de l'oxygène venant baisser le taux de méthane par effet de dilution. Cela peut être le cas notamment dans les casiers de centre d'enfouissement de déchets non dangereux où il n'est pas rare d'avoir des biogaz à 40% de méthane.

La qualité des intrants et notamment les compositions atomiques et le rapport C/O influe sur la richesse en méthane du biogaz. A titre d'exemple, la méthanisation du glucose se fait via les ratios suivants : $C_6H_{12}O_6 \Rightarrow 3 CO_2 + 3 CH_4$ donc le biogaz produit sera de 50% CH₄ et 50% CO₂. Ainsi, la digestion des fibres cellulosiques produit un gaz à 51% de CH₄ alors que celle des graisses produit un gaz avoisinant les 71%.

La température dans le milieu influe sur les solubilités du CH₄ et du CO₂, principaux composants du biogaz. Plus la température augmente, moins les gaz sont solubles. On remarque sur les graphiques ci-dessous que, quelle que soit la température, le CO₂ est de l'ordre de 100 fois plus soluble que le CH₄. Plus la température est basse, plus le CO₂ a tendance à rester dans la phase liquide et à ne pas migrer vers le ciel gazeux du digesteur. L'influence de la température sur la solubilité du méthane est quant à elle négligeable. C'est la raison pour laquelle la température influe sur le taux de méthane du biogaz. En

Annexes

méthanisation psychrophile (à température ambiante), on observe des taux de méthane plus importants en hiver (fréquemment au-delà de 70%) qu'en été.

