



Université de Ghardaïa

N° d'ordre :
N° de série :

Faculté des Sciences et Technologies
Département des Sciences et Technologie

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Domaine : *Sciences et Technologies*

Filière : *Génie des Procédés*

Spécialité : *Génie chimique*

Par : BOUDABIA Hadjer

DAHOU Kheira

Thème

**VALORISATION DE LA FRACTION ORGANIQUE DES
RESIDUS AGRICOLES ET SOUS-PRODUITS OLEICOLES
PAR LA CO-METHANISATION**

Soutenu publiquement le : 26/06/2019

Devant le jury :

BABA AMER Zohra

MCA

Univ. Ghardaïa

Présidente

KHODJA Khadidja

MRA

URAER- Ghardaïa

Examinatrice

DAOUD Djamel

MRA

URAER- Ghardaïa

Examinateur

LAHOUEL Nacera

Attachée de recherche

URAER- Ghardaïa

Promotrice

MANSOURI Khaled

MCA

Univ. Ghardaïa

Co-promoteur

Année universitaire 2018/2019

❧ *Dédicace* ❧

À la mémoire de mon héros mon père, loin d'ici mais jamais absent. Que ce travail soit une prière pour le repos de son âme.

À la lumière de mes yeux, l'ombre de mes pas et le bonheur de ma vie ma mère. Que ce travail soit le fruit de son dévouement et l'expression de mon amour

À mes chers frères et sœurs

À toute ma famille et ceux qui sont présents dans mon cœur

À mon cher binôme Kheira et à toute sa famille

Hadjer

❧ *Dédicace* ❧

A la mémoire de ma sœur, ma douce Amel

A mes très chers parents

A mes très chers frères et sœurs

A mes chers petits neveux et nièces

A mes chers beaux-frères

A ma chère famille

A mes amis de toujours.

A mon cher binôme Hadjer et à toute sa famille

Kheira

Remerciements

En premier lieu, nous exprimons nos profonds remerciements à **ALLAH** tout puissant qui nous a donné la force, le courage, la volonté et la santé durant toutes ces années d'études.

Nous tenons à remercier nos deux familles respectives, pour leur affection inégalable et leur soutien. Sans leurs encouragements, nous n'aurions pu mener à bien ce travail.

Ce travail a été effectué au sein du Laboratoire de Biomasse, à l'Unité de Recherche Appliquée en Energies Renouvelables de Ghardaïa (URAER), ainsi nous remercions le directeur **Dr. Djelloul DJAFER** de nous avoir accepté au sein de l'unité.

Ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pu voir le jour sans l'aide et l'encadrement de **Mme. Nacera LAHOUEL**, nous la remercions, pour sa patience, ses précieux conseils, le suivi, l'orientation, ses encouragements, sa gentillesse et sa disponibilité durant notre préparation de ce projet.

Nos remerciements vont au **Dr. Khaled MANSOURI** pour avoir accepté de co-encadrer ce travail pour la partie administrative à l'Université de Ghardaïa, et pour son aide et son soutien moral.

Nous adressons également nos plus vifs remerciements au **Dr. Zohra BABA AMER** de l'Université de Ghardaïa de nous avoir fait l'honneur de présider le jury. Nos remerciements vont aussi aux examinateurs le **Dr. Khadîdja KHODJA** et le **Dr. Djamel DAOUD** chercheurs à l'URAER - Ghardaïa d'avoir accepté de juger ce travail, ainsi que de leur honorable présence.

Nous tenons à exprimer notre gratitude à **Mr. Djilali GHOBRI** et au **Dr. Youcef BOUHADDA** chercheurs à l'URAER - Ghardaïa pour toutes leurs aides fournis durant la réalisation de ce travail.

Nous remercions tous **les enseignant(e)s** de notre cursus universitaire qui ont contribué à notre formation.

Nos sentiments de reconnaissance et nos remerciements vont également à toute personne qui a participé de près ou de loin, directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.

Et à tous ceux que nous avons oubliés.

Résumé :

La co-méthanisation ou la co-digestion anaérobie est un processus de fermentation de la matière organique par des microorganismes en conditions d'anaérobies qui permet de produire du biogaz source d'énergie renouvelable.

Notre protocole d'expérimentation s'est basé sur une série d'expériences in vivo et in vitro pour déterminer les conditions optimales à la production du biogaz en milieu solide et liquide. L'analyse physico-chimique des sous-produits oléicoles a prouvé l'existence d'un pourcentage important en matière organique dans ces derniers.

L'utilisation d'un modèle animal poulet d'élevage, recevant un régime alimentaire quasiment exclusive en grignon d'olive a permis à son microbiote intestinal de s'adapter au substrat (le grignon d'olive) utilisé lors de la méthanisation ce qui a réduit considérablement le temps de fermentation

La réalisation des précultures à base de fiente de poulet et margine stérilisée à contribuer à l'élimination de la phase de latence ce qui traduit par une adaptation de la culture microbienne aux substrats. La culture en batch en milieu solide (fiente + grignon) à température mésophile et avec une agitation continu favorise d'avantage la production de biogaz que la co-digestion en milieu liquide (fiente + margine). A cet égard, nous supposons que le rapport substrat/ inoculum utiliser dans notre travail, pourraient être à l'origine de l'accélération du processus de méthanisation.

Ainsi l'ajout des fientes des poulets à la fraction résiduaire oléicole a permis de réduire le temps de la digestion anaérobie et améliorer la productivité de biogaz

Mots clés : déchets oléicoles, déchets avicoles, fermentation, digestion anaérobie, biogaz.

Table des matières

Résumé	
Table des matières	07
Liste des tableaux.....	11
Liste des figures	12
Liste d'abréviations.....	14
Introduction Générale	15

Chapitre I

Synthèse bibliographique

I.1.L'oléiculture en Algérie	18
I.1. L'oléiculture en Algérie	18
I.1.2. Les variétés de l'Olivier	21
I.1.2.1 Les variétés locales (algériennes).....	21
I.1.2.2. Les variétés introduites.....	21
I.1.3. Production oléicole dans la wilaya de Ghardaïa.....	22
I.1.4. production d'huile d'olive en Algérie	23
I.1.5. production d'huile d'olive dans la wilaya de Ghardaïa.....	24
I.1.6. Processus d'extraction d'huile d'olive	25
I.1.7. Les sous-produits générés de l'extraction d'huile d'olive.....	26
I.1.7.1. La margine.....	26
I.1.7.2. Grignon.....	28
I.2. Traitement et valorisation des sous-produits oléicoles.....	29
I.2.1. Gestion des déchets	29
I.2.2. Impact des margines et de grignon sur l'environnement	31
I.2.3. valorisation de margine	31
I.2.4. valorisation de grignon	34
I.2.5. Valorisation divers des effluents d'huileries d'olive	37
I.3. Digestion Anaérobie des déchets.....	38
I.3.1. Définition.....	38
I.3.2. Les étapes métaboliques de la méthanisation.....	38
I.3.3. La Méthanisation Liquide.....	40
I.3.3.1. Origine des déchets liquides	40
I.3.3.2. Le temps de séjour hydraulique.....	41

I.3.3.3. Le ratio C/N	41
I.3.3.4. La température	41
I.3.3.5. L'inoculation	41
I.3.4. Méthanisation Des Déchets Solides	42
I.3.4.1. Origine des déchets liquides	42
I.3.4.2. Paramètres importants pour la méthanisation des solides	42
I.3.5. La co-méthanisation des co-produits solides et liquides	43
I.3.6. Biogaz	44
I.3.6.1. Définition	44
I.3.6.2. Caractérisation du biogaz	44
I.3.6.3. La valorisation de biogaz	45

Chapitre II

Matériels et méthodes

II. 1. Matériels utilisés	47
II.1.1. déchets oléicoles	47
II.1.2. déchets avicoles	47
II.1.2.1. Animaux	47
II.2. Méthodes	48
II.2.1. Traitement des échantillons	48
II.2.1.1. Grignon d'olive	48
II.2.1.2. Margine	48
II.2.1.3. Fientes de poulets	48
II.3. Méthodes analytiques	49
II.3.1. Détermination des paramètres physico-chimiques	49
▪ Acidité (pH)	49
▪ Conductivité électrique, Salinité, Oxygène dissous, Résistivité et TDS	49
▪ Densité	49
▪ La matière sèche (MS)	49
▪ La matière volatile (MV)	51
▪ la teneur en matière organique (MO)	51
▪ La teneur en eau	51
▪ La matière en suspension (MES)	52
▪ Le taux d'humidité	52

▪ La matière grasse (margine et grignon)	53
▪ Carbone organique totale (COT)	53
▪ Indice de réfraction	53
II.3.2. Détermination des paramètres microbiologiques	56
II.3.2.1. Dénombrement de la flore microbienne (OMS, 2006)	56
II.3.2.2. Préparation	56
II.3.3. Co-méthanisation des co-produits liquides et solides	57
II.3.3.1. Description du système de fermentation	57
II.3.3.1.1. Dispositif expérimental : Digesteur discontinu en batch	57
II.3.3.1.2. Substrat.....	59
II.3.2. Paramètres fermentaires mesuré	63
II.3.2.1. Paramètre physico-chimique	63
II.3.2.2. Production de biogaz.....	63
II.4. Méthodes statistiques	63

Chapitre III

Résultats et discussion

III.1. Méthodes analytiques	66
III.1.1. Détermination des paramètres physico-chimiques	66
III.1.1.1. Margine	66
III.1.1.2. Grignon	68
III.1.2. Dosage de la biomasse microbienne du substrat et co-substrat	69
III.1.2.1. Détermination de la charge microbienne des margines	70
III.1.2.2. Détermination de la charge microbienne des fientes de poulets.....	71
III.2. Co-méthanisation des co-produits liquides et solides.....	74
III.2.1. Pré culture	74
III.2.2. Analyses physico-chimiques du milieu réactionnel en entré et en sortie de la co-méthanisation	76
III.2.2.1. Fermentation en milieux liquide	76
a) Co-méthanisation de substrat : fiente de poulet /co-substrat : <u>margine stérilisée</u>)	76
b) Co-méthanisation de : substrat fiente de poulet / co-substrat : <u>margine non stérilisée</u>) ..	76
c) Variation de pH et du DO du milieu réactionnel en entré et en sortie de la fermentation en milieux liquide	78
III.2.2.2. Fermentation en milieux solide.....	80

a) Co-méthanisation de : substrat fiente de poulet /co-substrat : grignon stérilisée	80
b) Co-méthanisation de substrat : fiente de poulet /co-substrat : grignon non stérilisée	80
c) Variation de pH et du DO du milieu réactionnel en entré et en sortie de la Fermentation en milieux solide	82
III.3. Production de biogaz	84
III.3.1. Fermentation en milieu liquide	84
III.3.2. Fermentation en milieu solide.....	85
III.3.3. Potentiel de production de biogaz estimé à partir des déchets oléicole.....	87
III.4. Teste d'inflammabilité.....	89
Conclusion générale	94
Références bibliographiques	96

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1 : La culture de l'olivier dans la wilaya de Ghardaïa.....	22
Tableau I.2: Nombre d'huileries et Capacité de trituration	24
Tableau I.3: Composition physico-chimique des margine	27
Tableau I.4: Caractéristiques des grignons bruts issus de divers procédés d'extraction	28
Tableau I.5: Composition volumique du biogaz issu de déchets organiques	44

Chapitre III

Tableau III.1 : analyse physico-chimique de margine.....	66
Tableau III.2: l'analyse physico-chimique de grignon séché à l'air libre et à l'étuve.....	68
Tableau III.3:Charge biologique du margine et suc	70
Tableau III.4 : cultures bactériens.....	73
Tableau III.5: variation des paramètres physico chimique du milieu réactionnel avant et après la fermentation en milieu liquide (margine stérilisée).....	76
Tableau III.6 : variation de paramètre physico chimique avant et après la fermentation en milieu liquide (margine non stérilisée)	76
Tableau III .7: variation de paramètre physico chimique avant et après la fermentation en milieu solide (grignon stérilisée)	80
Tableau III.8: variation de paramètre physico chimique avant et après la fermentation en milieu liquide (grignon non stérilisée).....	80
Tableau III.9 : les rendements et les volumes du biogaz produit	87

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Répartition des zones géographiques de l'oléiculture algérienne.....	20
Figure I.2 : Evolution de la superficie d'Olivier en Algérie pour la période 2000-2013	20
Figure I.3 : Evolution de la production d'olive en Algérie pour la période 2000-2013	21
Figure I.4: Evolution de la production d'huile d'olive et des sous-produits pour la période 2000-2013	23
Figure I.5: Etapes d'extraction d'huile d'olive par système discontinu avec centrifugation à deux phases	25
Figure I.6: Quantité d'huile d'olive extraite et sous-produits en pourcentage	26
Figure I.7 : Photo des margines rejetées dans les rivières par les huileries implantées dans la vallée de la Soummam –Kabylie- photo de Décembre 2013.....	26
Figure I.8:Synoptique des flux de gestion des déchets.....	30
Figure I.9: Différentes filières de valorisation des margies.....	33
Figure I.10 : Différentes filières de valorisation des grignons d'olives.....	36

Chapitre II

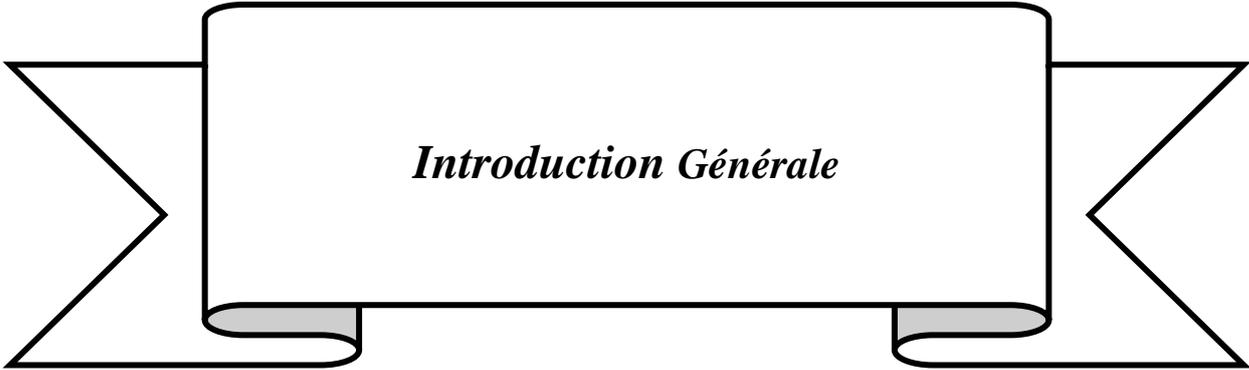
Figure I.11 : Utilisations potentielles des déchets des usines d'olives dans la biotechnologie Microbienne	37
Figure I.12 : Schéma métaboliques de la digestion anaérobie.....	40
Figure II.1 : Echantillons des sous-produits oléicoles et avicoles utilisés.....	48
Figure II.2 : Protocole de préparation de Grignon d'olive	50
Figure II.3 : Détermination de la matière grasse selon la méthode de soxhlet	54
Figure II.4 : Protocole pour déterminer la matière grasse par centrifugation.....	55
Figure II.5 : Schéma du dispositif expérimental (digesteur discontinu à l'échelle du laboratoire).....	58
Figure II.6 : Photo du digesteur discontinu à l'échelle du laboratoire	58
Figure II.7 : Protocole de préparation de préculture	60
Figure II.8 : Protocole de la co-méthanisation.....	62
Figure II.9 : Photo du système de mesure du volume du biogaz produit	64
Figure II.10 : Schéma du système de mesure du volume du biogaz produit	64

Chapitre III

Figure III.1: Évolution du Brix de pré culture au cours de la fermentation	75
Figure III.2: Variation de pH avant et après la Fermentation anaérobie en milieu liquide	78
Figure III.3: Variation de DO avant et après la Fermentation anaérobie en milieu liquide	79
Figure III.4: Variation de pH avant et après la Fermentation anaérobie en milieu solide.	82
Figure III.5: Variation de DO avant et après la Fermentation anaérobie en milieu solide.....	83
Figure III.6: Evolution de la production de biogaz cumule de la Co-méthanisation de fiente de poulets et du margine stérilisée et non stérilisé en fonction du temps.....	84
Figure III.7 : Evolution de la production de biogaz cumule de la Co-méthanisation de fiente de poulets, et du grignon stérilisée et non stérilisé en fonction du temps	86
Figure III.8 : Volume cumulé du biogaz produit par la co-méthanisation des co-produits solides et liquides en fonction du temps	87
Figure III.9 : Teste d'inflammabilité	89

Liste d'abréviations

Abréviations	Nom complet
AGV	Acide Gras Volatile
ASTM	American Standards of Technical Material
C/N	Carbone par rapport l'azote
C/P	Carbone par rapport le Phosphore
CE	Conductivité électrique
COT	Carbone Organique Total
CPG	Chromatographe à Phase Gazeuse
CPG	Chromatographie Phase Gazeuses
CT	Coliformes Totaux
D	Densité
DCO	Demande Chimique en Oxygène
DO	Oxygène Dissous
EMB	Eosine Méthylène Bleu
FT	Flore Totale
GA	Grignon Autoclave
GN	Grignon Non autoclave
H	Humidité
I/S	Rapport Inoculum Substrat
MA	Margine Autoclave
MES	Matières En Suspension
MG	Matière Grasse
MM	Matière Minéral
MN	Margine Non autoclave
MO	Matière Organique
MS	Matière Sèche
MV	Matière Volatile
PCA	Plate Count Agar
PR	Potentiel redox
SF	Staphylocoques
TDS	Solides Dissous Totaux
UFC	Unités Formant Colonies



Introduction Générale

Introduction Générale

Avec son potentiel de gaz naturel et de pétrole, l'Algérie reste en retrait par rapport à d'autres pays qui se tourne résolument vers l'économie bio basée et circulaire.

Comme tous pays, l'Algérie génère des déchets. Au niveau national, Les déchets organiques, représentent plus de 50% des déchets ménagers et assimilés (entreprises, collectivités, écoles, hôpitaux...) et leur valorisation peut servir au compostage, mais surtout à la génération de l'énergie.

La valorisation des déchets pour la production de l'énergie constitue aussi à plusieurs niveaux une alternative rentable par rapport à l'incinération ou l'enfouissement des déchets la valorisation énergétique de ces derniers, permet aussi de réduire leurs impacts environnementaux et sanitaires. Elle répond également à des considérations relatives à la gestion des déchets et à l'environnement.

Selon le ministère de l'énergie algérien, le potentiel énergétique que représentent les déchets urbains et agricoles au niveau national est estimé à 5 millions de tonnes, ce qui correspond à un gisement de l'ordre de 1,33 million de TEP (Tonnes équivalent pétrole) par an.

En dépit du potentiel existant et prometteur, la bioénergie n'occupe pas une place de choix dans le programme national des énergies renouvelables visant à produire 22000 MW à l'horizon 2030 puisqu'elle en représente moins de 5%.

Une étude menée par des chercheurs du Centre de Développement des Energies Renouvelables (CDER), a en effet montré que le volume du biogaz, obtenu après la fermentation anaérobique des matières organiques contenues dans les déchets agricoles et d'élevage, les biodéchets issus des industries agroalimentaires et des stations d'épuration des eaux usées (STEP), est estimé à 1 milliard de m³/an.

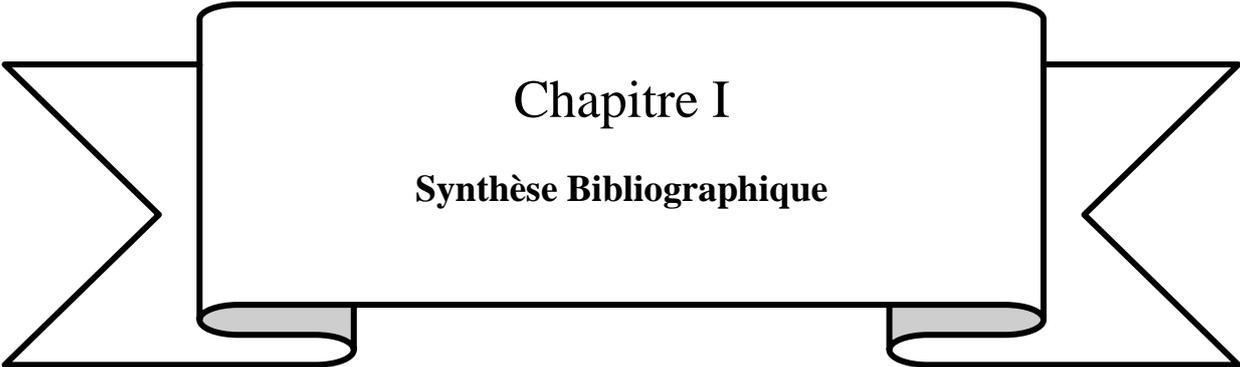
Le biogaz a les mêmes caractéristiques que le gaz naturel, tout en ayant l'avantage d'être renouvelable. La biomasse dont il est issu étant elle-même renouvelable, contrairement au gaz naturel d'origine fossile et dont les quantités sont limitées.

La biométhanisation se décline aujourd'hui sous de multiples solutions environnementales: le traitement des déchets, la valorisation des sites pollués, la réduction des

émissions de gaz à effet de serre (CH_4 , CO_2) et surtout la production de fertilisant naturel peu énergivore et plus rapidement assimilables par les plantes. L'enjeu pour l'agriculture algérienne se situe précisément dans l'utilisation de cette matière fertilisante à base de déchets dont le coût d'élimination est conséquent pour les municipalités qui peut être valorisée en amendements organiques. Cet humus, cette masse fertilisante aura des effets sur les rendements agricoles en croissance et donc les revenus des agriculteurs.

L'objectif de notre travail est de présenter une étude sur le phénomène de méthanisation de la fraction organique des résidus agricoles (fientes de poulets) et des sous-produits oléicoles par voie humide (margine) et sèche (grignon) et leur effet sur l'amélioration de la production du biogaz.

Pour cela, nous avons divisé ce travail en trois chapitres. Le premier chapitre est consacré à la partie théorique reliée à notre travail, dans laquelle nous avons abordé la bibliographie liée à l'industrie oléicole et les différentes méthodes de traitement et de valorisation des déchets organiques, en fin la digestion anaérobie et les différentes méthodes de valorisation du biogaz sont aussi cités. Les deux derniers chapitres sont consacrés au côté pratique, où dans l'avant dernier chapitre nous avons exprimé tout le matériels exploités et les différentes méthodes utilisées dans ce travail, en revanche, le dernier chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus et à leur discussion, et à la fin une conclusion qui résume les principaux résultats.



Chapitre I

Synthèse Bibliographique

I.1.L'oléiculture en Algérie

I.1. L'oléiculture en Algérie

La colonisation de l'Algérie par l'armée française a favorisé la dualité de l'oléiculture algérienne. Pour pallier à cela, l'état algérien a présenté des soutiens qui ont été concentrés sur le secteur moderne (système de culture intensive) implanté dans la plaine oranaise notamment. La modernité de cette oléiculture coloniale tranche avec l'oléiculture traditionnelle des zones de montagne. La marginalisation de cette dernière n'a fait que s'accroître durant les années 1950/1960 à cause de la guerre d'Algérie jusqu'à l'indépendance, qui a causé le déplacement des populations rurales, l'incendie de vastes zones oléicoles, le non renouvellement du verger vieillissant, la faible gestion...etc.

Les politiques agricoles postindépendances se sont efforcées de moderniser l'oléiculture, à travers plusieurs plans de développement. Les premières années ont été consacrées à la sauvegarde du patrimoine et du savoir-faire des colons.

Les propriétés coloniales, transformées en domaines autogérés, ont profité des moyens de l'Etat pour se maintenir. Les plans successifs (1967/1969, 1970/1973...etc.) se voulaient un moyen de mise en valeur des zones déshéritées, d'accroissement de la production et de création d'emploi dans les milieux ruraux (Mendil, 2009).

Les principaux axes de ces politiques étaient de fournir des aides financières aux oléiculteurs pour l'achat d'un matériel adéquat, de l'équipement (création d'huileries modernes), la fertilisation, les pépinières oléicoles, la fixation des prix (bas), l'assurance d'un prix minimum garanti. En 1969, l'Office National Algérien des Produits Oléicoles est créé pour promouvoir la production, les techniques de trituration (transformation), la formation et la commercialisation des olives de table. Les effets escomptés ne se sont pas produits et la dualité entre les systèmes traditionnel et moderne s'est maintenue, voire s'est accrue.

La période des années 1990/2000 a eu des conséquences néfastes sur la filière oléicole algérienne. La baisse drastique des moyens financiers de l'Etat, la crise sociale, économique et politique en Algérie, se sont traduites par un désengagement sensible de l'Etat (Mendil, 2009). Les populations des zones de production marginalisées ont été les premières à en souffrir. Une partie des exploitations furent abandonnées en raison de l'insécurité. L'exode rural s'est accru durant ces années (Mendil, 2010).

Deux nouveaux plans ont été lancés pour moderniser l'agriculture algérienne, le Plan National de Développement Agricole à partir des années 2000, et le Plan National de Développement Agricole et Rural à partir des années 2005. La nouvelle politique de ces programmes repose sur la démarche participative, l'implication des populations locales et la valorisation des ressources du milieu rural. Les objectifs classiques sont toujours d'actualité:

- Programme d'intensification de la production oléicole dans les zones des Hauts Plateaux et du Sud du pays, Selon l'institut technique de l'arboriculture fruitière et de la vigne 2013.
- Extension des plantations et programme d'adaptation des systèmes de production aux zones de montagne; rajeunissement des vieilles plantations; amélioration des rendements; renforcement de la qualité des produits oléicoles; modernisation des unités de trituration.

L'extension de l'oléiculture sur tout le territoire national selon le nouveau mode de production intensive se traduit par un triplement des plantations d'Olivier en Algérie durant les dix dernières années, faisant que la superficie consacrée à l'Olivier est passée de 168 080 ha en 2000 à 348 196 ha en 2013 offrant un rendement de 20.8 kg d'olives / arbre et une production de 5 787 400 d'olives.

L'oléiculture se présente de ce fait comme la filière arboricole la plus importante en couvrant 38.7% des superficies du pays qui a pu classer l'Algérie au rang 7ème producteur mondial par le Conseil oléicole international ; l'oléiculture passe de la nomenclature « l'or noir » à « l'or vert » . Selon Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural 2013.

La surface oléicole s'étend sur trois principales régions : le Centre, avec 54,3 % de la superficie totale ; l'Est, avec 28,3 % ; et l'Ouest, avec 17 % (figure I.1) selon Institut Technique de l'Arboriculture et de la Vigne 2010. La plupart des oliveraies (80 %) sont situées dans des zones de montagne, sur des terrains accidentés et marginaux, peu fertiles. Le reste des oliveraies (20 %) sont situées dans les plaines occidentales du pays. Selon Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural 2008.

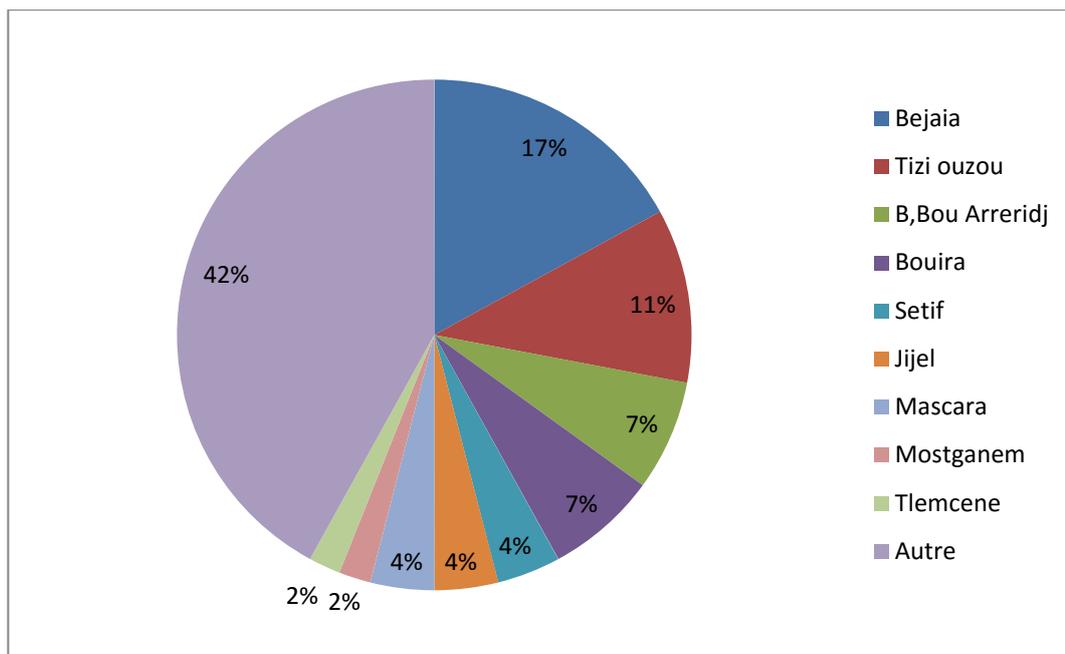


Figure I.1 : Répartition des zones géographiques de l’oléiculture algérienne Ministère de l’Agriculture et du Développement Rural 2008

La superficie d’extension d’Olivier en Algérie connaît une progression continue entre 2000-2013 (figure I.2). L’intégration de l’oléiculture dans le renouveau agricole rural a permis son extension sur l’ensemble du territoire algérien et une amélioration notable de la production.

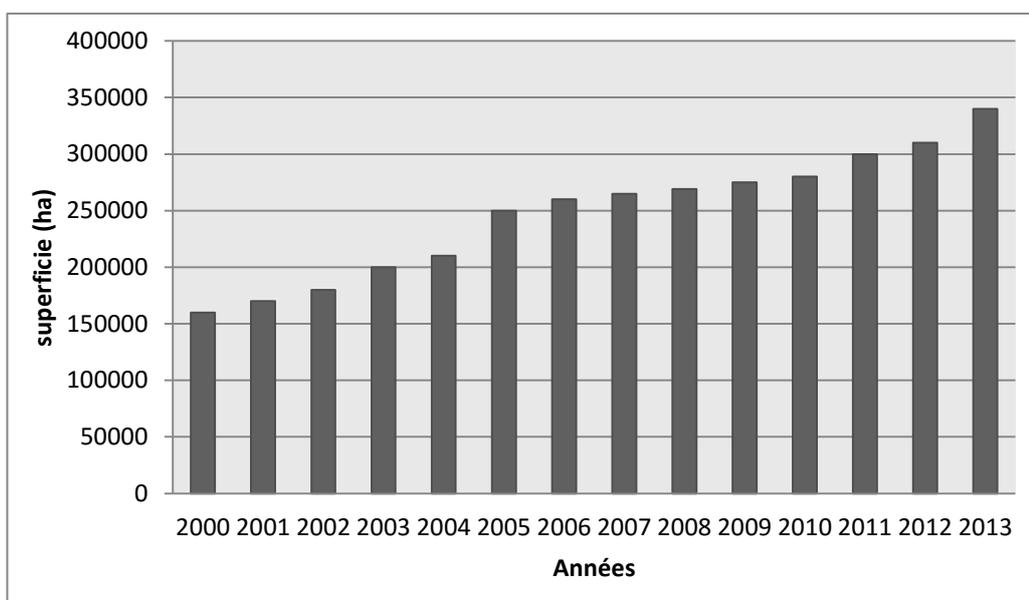


Figure I.2 : Evolution de la superficie d’Olivier en Algérie pour la période 2000-2013 Ministère de l’Agriculture et du Développement Rural 2013

La production d'olive de table connaît elle un quadruplement de la production en passant de 346 730 qx en 2000 à 1 749 345 qx en 2013, et celle d'olive à huile atteint 4 038 055 qx en 2013 alors qu'en 2000 elle était à 1 824 390 qx (figure I.3) selon Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural 2013.

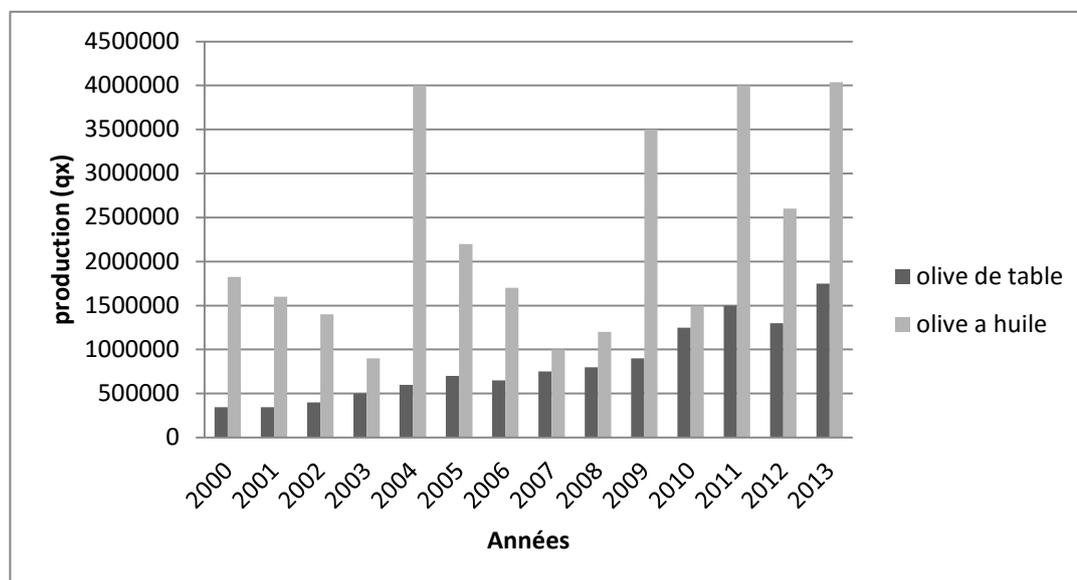


Figure I.3 : Evolution de la production d'olive en Algérie pour la période 2000-2013

I.1.2. Les variétés de l'Olivier

I.1.2.1 Les variétés locales (algériennes)

L'oléiculture algérienne est caractérisée par une large gamme de variétés. Dans le centre et dans l'est prédominent les variétés 'Hamma' (pour la confiserie), 'Chemlal', 'Azeradj', 'Bouchouk', 'Rougette', 'Blanquette' et 'Limli' (pour l'extraction d'huile). Dans la région occidentale, les variétés les plus diffusées sont 'Sigoise' et 'Verdial', (Mendil et Sebai, 2006).

I.1.2.2. Les variétés introduites

Les variétés Espagnoles comme « Cornicabra, Gordal, Sévillane » ont été introduites d'Espagne par des colons de l'Ouest Algérien, elles sont cultivées dans l'aire de production de la variété Sigoise. De même, les variétés Françaises comme « Lucque et Verdale » sont également associées à la variété Sigoise en Oranie. Or, ces variétés introduites tendent à disparaître au profit du sur-greffage en Sigoise, afin de répondre aux besoins du pays en olives de table. D'autres variétés Italiennes ont été introduites, telles : Fantoi, Leccino, Moraiolo, Pendolino et Cortaine. Ces variétés possédant un bon pouvoir d'adaptation, se sont bien

comportées en Algérie. Elles se multiplient facilement par la technique du bouturage herbacé (Mendil et Sebai, 2006).

I.1.3. Production oléicole dans la wilaya de Ghardaïa

Tableau I.1 : La culture de l'olivier dans la wilaya de Ghardaïa selon la direction des services agricole 2018

	Oliviers cultivés (plantes ou greffes)					Production totale	
	En masse		Oliviers isolés ou destinés à la densification (nombre)	Nombre total d'oliviers cultivés	Nombre d'oliviers en rapport	Olives	
	Superficie occupée (ha)	Oliviers en masse (nombre)				Conserve Vertes (qx)	Pour l'huile (qx)
GHARDAIA	180	11659	23370	35029.00	15270	1647	360
EL MANSOURA	108,00	4 000	21 723	25 723,00	14 973	1615	-
HASSI ELGARAA	132.00	12151	-	12151.00	11254	1206	0
HASSI ELFHAL	118.00	11651	23153	34804	11255	1206	0
BOUNOURA	194	20873	14046	34919	11678	1253	360
SEBSEB	84	19159	3671	22830.00	6288	598	0
ZELFANA	145	3920	18255	22175	15149	1634	0
ELATTEUF	152	6295	13358	19653	4672	483	0
EL GUERRARA	291.5	29903	59641	89544	61306	6719	4280
METLILI	106.50	27776	4499	32275	8315	889	-
BERRIANE	136	21473	13146	34619	11929	1285	0
DHAYET BENDAHOUA	163	8967	9980	18947	7906	838	0
GOLEA	70	14511	0	14511	13425	1445	-

I.1.4. production d'huile d'olive en Algérie

Actuellement, l'huile d'olive est consommée pratiquement dans sa totalité dans les zones de production ; les vergers s'étendent principalement (80%) dans les régions de montagne (grande et petite Kabylie, la région de Jijel et une partie de l'Est algérien) (Mendil,2009).

La consommation par habitant a connu une augmentation de 80% durant la dernière décennie. La production d'huile d'olive est passée de 333 200 tonnes en 2000 à 715 970 tonnes en 2013 soit un rendement de 17.7 l/q selon Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural2013. Cette augmentation de production d'huile engendre ainsi l'augmentation des sous-produits générés ; les grignons sont passés de 925 556 tonnes en 2000 à 1 988 805 tonnes en 2013 et les margines de 1 388 332 tonnes en 2000 à 2 987 208 tonnes en 2013 (figure I.4).

Jusqu'à l'année 2000, l'industrie oléicole algérienne était composée majoritairement d'huileries traditionnelles, ensuite de nouvelles méthodes de trituration commencèrent à être introduites, il a été noté 1400 d'huileries traditionnelles, 85 huileries avec presses ou sous-presses et 165 huileries modernes (Mendil, 2010).

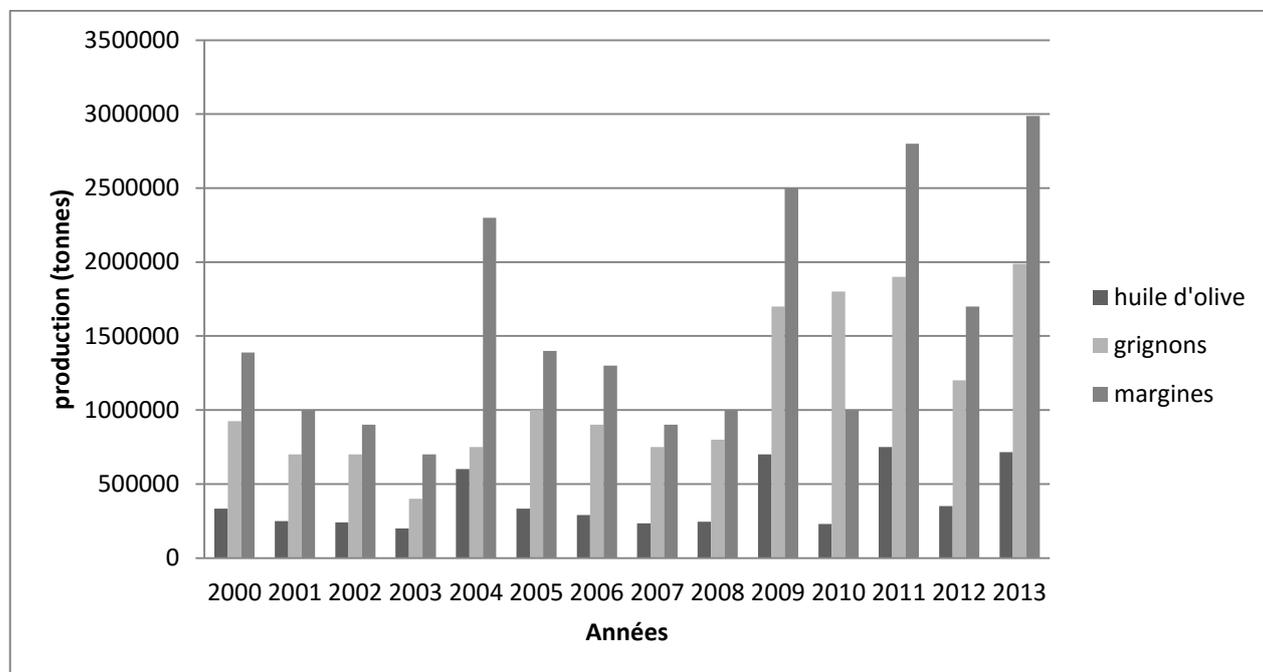


Figure I.4: Evolution de la production d'huile d'olive et des sous-produits pour lapériode 2000-2013 selon Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural 2013

Dans ce contexte, en vue de moderniser le secteur de l'extraction d'huile d'olive pour améliorer la qualité du produit, les autorités algériennes ont adopté un programme de modernisation de l'industrie de l'huile d'olive et de l'huile de grignons d'olive) et de traitement des sous-produits, dans le but de disposer de 201 unités modernes d'extraction d'huile d'olive équipées d'un système continu à l'échelle nationale (Mendil, 2009).

La structure variétale destinée à la fabrication d'huile d'olive montre la prédominance de trois variétés produisant des huiles ayant des caractéristiques particulières: la variété Chemlal de Kabylie(30% des superficies totales et 44% des terres destinées à l'huile d'olive): cette variété locale, donc rustique (ne nécessite pas de gros moyens pour son maintien), est la plus répandue en Kabylie, dans l'Atlas Blidéen, dans la Mitidja et dans la région des Bibans. Elle est très estimée pour la fabrication de l'huile de bonne qualité ; les variétés Azeradj et Couchouk: elles accompagnent les peuplements de Chemlal et permettent la pollinisation. La variété Aberkane est répandue dans la région de Seddouk (Bejaia) et donne des résultats satisfaisants en huilerie (Hadjou et al., 2013).

I.1.5. production d'huile d'olive dans la wilaya de Ghardaïa

Tableau I.2: Nombre d'huileries et Capacité de trituration selon la direction des services agricole de la wilaya de Ghardaïa 2018

	Huileries traditionnelles	Huileries semi-automatiques	Huileries automatiques	TOTAL
Nombre	3,00	-	-	3,00
Capacité de trituration (qx / jour)	80,00	-	-	80,00

I.1.6. Processus d'extraction d'huile d'olive

L'extraction d'huile d'olive passe par les étapes suivantes :

a) Opération de réception :

Cette étape consiste à préparer l'olive pour son pressage postérieur. Il s'agit de nettoyer et laver les olives, contrôler leur poids et qualité ; à savoir l'acidité, l'aspect et le rendement gras, enfin les stocker.

b) Opération de pressage et extraction :

D'abord, le pressage s'effectue à l'aide de moulins en pierres, ensuite un malaxage postérieur à température appropriée est réalisé afin de préparer la pâte dont l'huile est extraite par trois différents systèmes ,le système le plus récent et le plus souvent utilisé pour la plupart des huileries est le continu à deux phases, où le décanteur sépare l'huile et le mélange de grignons et des eaux de végétation en une unique pâte appelée grignons humides (figure I.5)

c) Nettoyage et épuration de l'huile :

Il s'agit d'un filtrage d'huile afin d'éliminer le reste des résidus fins et d'une décantation par centrifugation selon Centre d'Activités Régionales Pour la Production Propre (CAR/PP,2000)

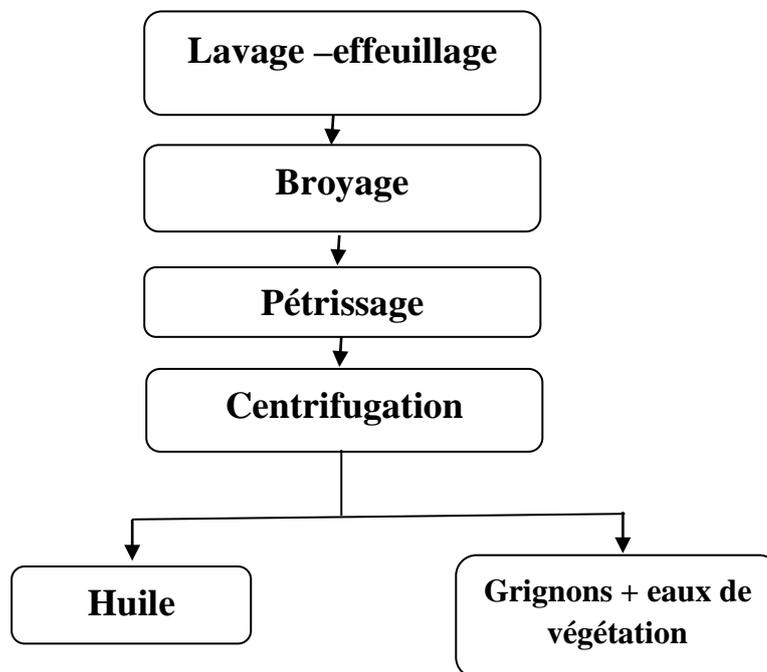


Figure I.5: Etapes d'extraction d'huile d'olive par système discontinu avec centrifugation à deux phases (CAR/PP, 2000)

I.1.7. Les sous-produits générés de l'extraction d'huile d'olive

Une quantité de 100 kg d'olives donne seulement 17% d'huile et beaucoup plus de sous-produits notamment 49% grignons d'olives et 73% margines ; ceci est récapitulé sur le schéma de la figure I.6.

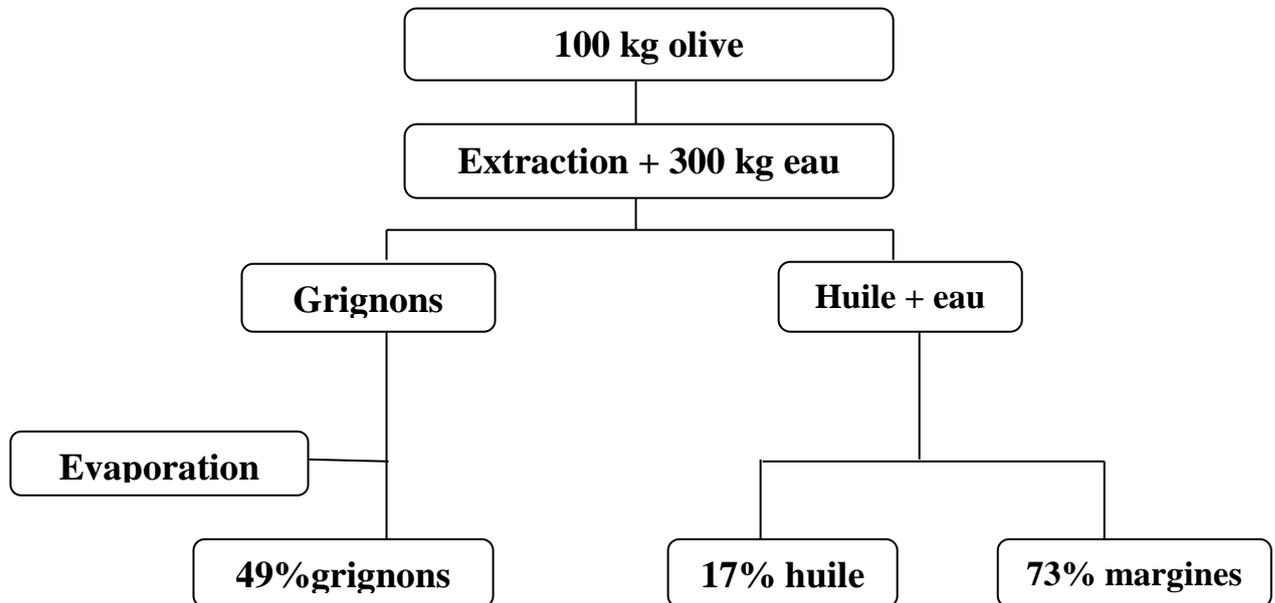


Figure I.6: Quantité d'huile d'olive extraite et sous-produits en pourcentage (Mendil, 2009)

I.1.7.1. La margine

I.1.7.1.1. Définition des margines

Appelées également les eaux de végétation, les margines sont des liquides foncés d'odeur désagréable, elles constituent le résidu séparé de l'huile par centrifugation des moûts huileux (figure I.7) (Argenson et al., 1999).



Figure I.7 : Photo des margines rejetées dans les rivières par les huileries implantées dans la vallée de la Soummam –Kabylie- photo de Décembre 2013 (Syphax, 2013)

Ces sous-produits présentent un problème de pollution majeur pour la plupart des pays méditerranéens, car ils sont les principaux producteurs d'huile d'olive (Cabello, 1980). Ceci est dû à des causes diverses ; en fait les margines sont dans la plupart des cas déversées dans le milieu naturel, spécialement dans les cours d'eau (Fiorentino et al., 2003), les oueds et les fleuves (Lacomelli, 2000).

A cause de leur pH très acide ainsi que leur teneur élevée en matière grasses, elles détruisent totalement la faune et la flore aquatique par absorption de tout ou une partie de l'O₂ dissous dans l'eau (Shabouet al., 2005).

Les margines rejetées dans la nature par épandage sur les sols peuvent aussi causer des problèmes environnementaux. Par ce mode d'élimination des effluents, les eaux souterraines peuvent être polluées, ce qui affecte la qualité de l'eau potable (Mebirouk, 2002). De plus, leur forte charge en polyphénols constitue un risque de pollution très important pour le sol en inhibant son activité microbienne (Rannali e tal., 2003).

I.1.7.1.2. Composition chimique des margines

La composition chimique des margines est assez variable. Elle dépend de nombreux facteurs tels que la variété et la maturité des olives, les conditions édaphiques (les caractéristiques du sol) et climatiques, la méthode de culture et en particulier le mode d'extraction de l'huile (Paraskeva et Diamadopoulons, 2006).

Les margines ont une couleur brune à brune-rougeâtre, d'aspect trouble. Ces effluents ont une forte charge saline (des sels de potassium (17,10 g/l) et des phosphates) et sont acides (pH de 4,5 à 5), riches en matières organiques et en polyphénols peu biodégradables. Ces eaux sont caractérisées par une conductivité de l'ordre de 10 mS/cm due surtout aux ions potassium, chlorure, calcium et magnésium. La demande chimique en oxygène (DCO) peut varier de 50 à 220 g/l. Le tableau I.3 présente un exemple de composition physico-chimique des margines (Mekki et al., 2008).

Tableau I.3: Composition physico-chimique des margines

pH	D	CE (mS/cm)	H (%)	DCO (g/l)	COT (g/l)	Polyphénols (g/l)	MM (g/l)	MO (%)
5,0	1,04	10,50	94,00	120,00	36,60	36,60	15,80	92,42

I.1.7.2. Grignon

Les grignons sont les résidus solides obtenus après le premier pressage des olives. Ils contiennent encore de l'huile appelée huile secondaire. Ils sont composés de peaux, de résidus de pulpe et de fragments des noyaux (Amic et Dalmasso, 2013).

Selon (Sansoucy, 1984), il existe quatre types de grignons : le grignon brut, le grignon épuisé, le grignon partiellement dénoyauté et le grignon humide.

Composition des grignons

La composition des grignons d'olive varie dans de très larges limites selon le stade de maturité, le procédé d'extraction de l'huile et l'épuisement par solvant.

Tableau I. 4: Caractéristiques des grignons bruts issus de divers procédés d'extraction de l'huile (Trigui, 2008).

Paramètres (%)	Extraction par pressage	Système continu à	
		3-phases	2-phases
Humidité	27,2	50,23	56,8
Huile	8,72	3,89	4,65
Protéines	4,77	3,43	2,87
Sucres totaux	1,38	0,99	0,83
Cellulose	24,1	17,37	15,54
Hemicellulose	11,0	7,92	6,63
Cendre	2,36	1,7	1,42
Lignine	14,1	10,21	8,54
Azote	0,71	0,51	0,43
P ₂ O ₅	0,07	0,05	0,04
Composés phénoliques	1,14	0,326	2,43
Potassium	0,54	0,39	0,32
COT	42,9	29,03	25,37
C/N	60,42	59,92	59,00
C/P	612,85	580,60	634,00

I.2. Traitement et valorisation des sous-produits oléicoles

L'industrie oléicole, en plus de sa production principale qui est l'huile, laisse deux principaux résidus : margine et le grignon d'olive.

Les grignons et les margines constituent les principaux sous-produits des huileries d'olive. Chaque année, les pays oléicoles enregistrent des volumes importants de ces déchets. Ils figurent parmi les biomasses qui présentent des problèmes environnementaux dans la plupart des pays méditerranéens. Leur valorisation et traitement doivent être nécessaire dans notre jour.

I.2.1. Gestion des déchets

La gestion des déchets est devenue un enjeu important pour la préservation de l'environnement et de la santé humaine.

Les déchets que se soient industriels, urbain ou agricoles, seront généralement évacués vers le milieu naturel sans traitement (cours d'eau oueds, mer), au détriment de l'environnement. Tous les types de valorisation des déchets contribuent à ménager les ressources.

On distingue trois modes de valorisation: énergétique, matière et biologique. Plusieurs types de traitement existent, ils sont très variables, souvent adaptés à un type de déchets. Dans l'optique du traitement des déchets, les technologies propres conçoivent des procédés qui fabriquent des produits de même qualité que précédemment, mais qui rejettent moins de déchets (Solagro,2001).

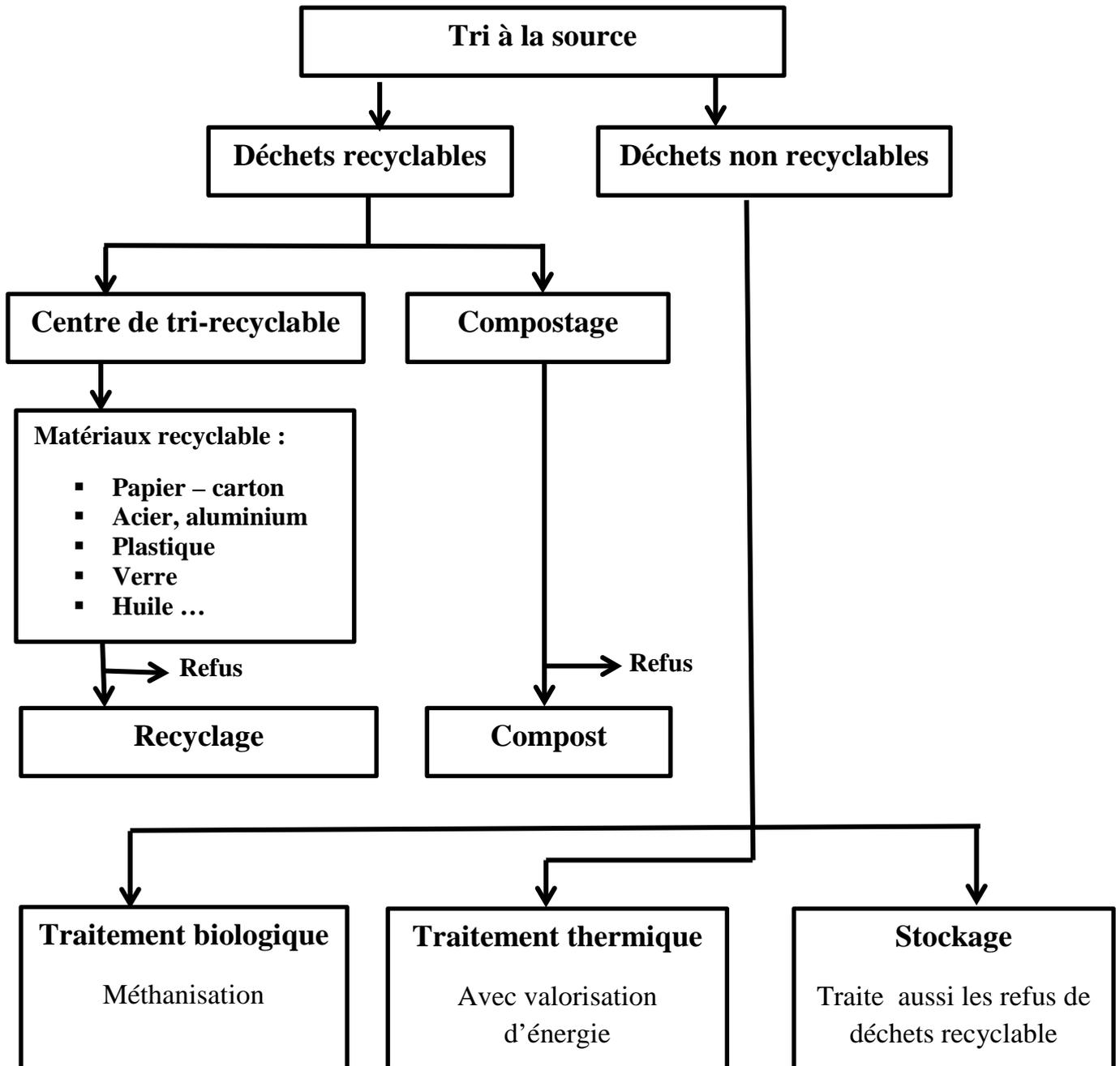


Figure I.8: Synoptique des flux de gestion des déchets selon l'agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie française 2000 (ADEME, 2000).

I.2.2. Impact des margines et de grignon sur l'environnement

Ces effluents constituent un grave problème avec un impact négatif sévère sur la qualité des sols et de l'eau, et donc sur l'environnement et l'agriculture (Khoufi et al., 2007).

La toxicité des margines est due essentiellement à la présence des acides gras libres à longue chaîne et des composés phénoliques à fortes concentrations (4 à 15g/L) (Zahari et al., 2014), et de concentrations élevées en phosphores et en tannins ainsi qu'une large quantité de nutriments (Ghattas, 2004).

Le grignon d'olive présente aussi quelques inconvénients sur l'agriculture. La difficulté de l'intégrer uniformément dans le sol, et sa toxicité pour les plantes en raison de sa quantité importante de polyphénols (Lynch, 1980).

L'impact environnemental se traduit par plusieurs phénomènes :

Acidification du milieu, Destruction de la microflore bactérienne du sol, Pollution des oueds et barrages et disparition de la vie aquatique, Pollution de la nappe souterraine et Forte agressivité, vis-à-vis des matériaux constituant les canalisations (FAO, 2013).

En plus des désagréments visuels et des mauvaises odeurs, la forte charge organique de ces déchets détruits totalement la faune et la flore aquatique par absorption de l'oxygène dissous dans l'eau (Samperdro et al., 2004).

I.2.3. valorisation de margine

Plusieurs traitements de dépollution des margines ont été testés pour faire face à leur impact environnemental. La figure présente les principales voies de valorisation des margines.

Les solutions proposées varient du simple entreposage par épandage dans des bassins à des procédés de valorisation plus ou moins compliqués.

L'entreposage par épandage dans des bassins à l'air libre est la solution la moins coûteuse et la plus facile à réaliser. Par contre, elle présente des inconvénients.

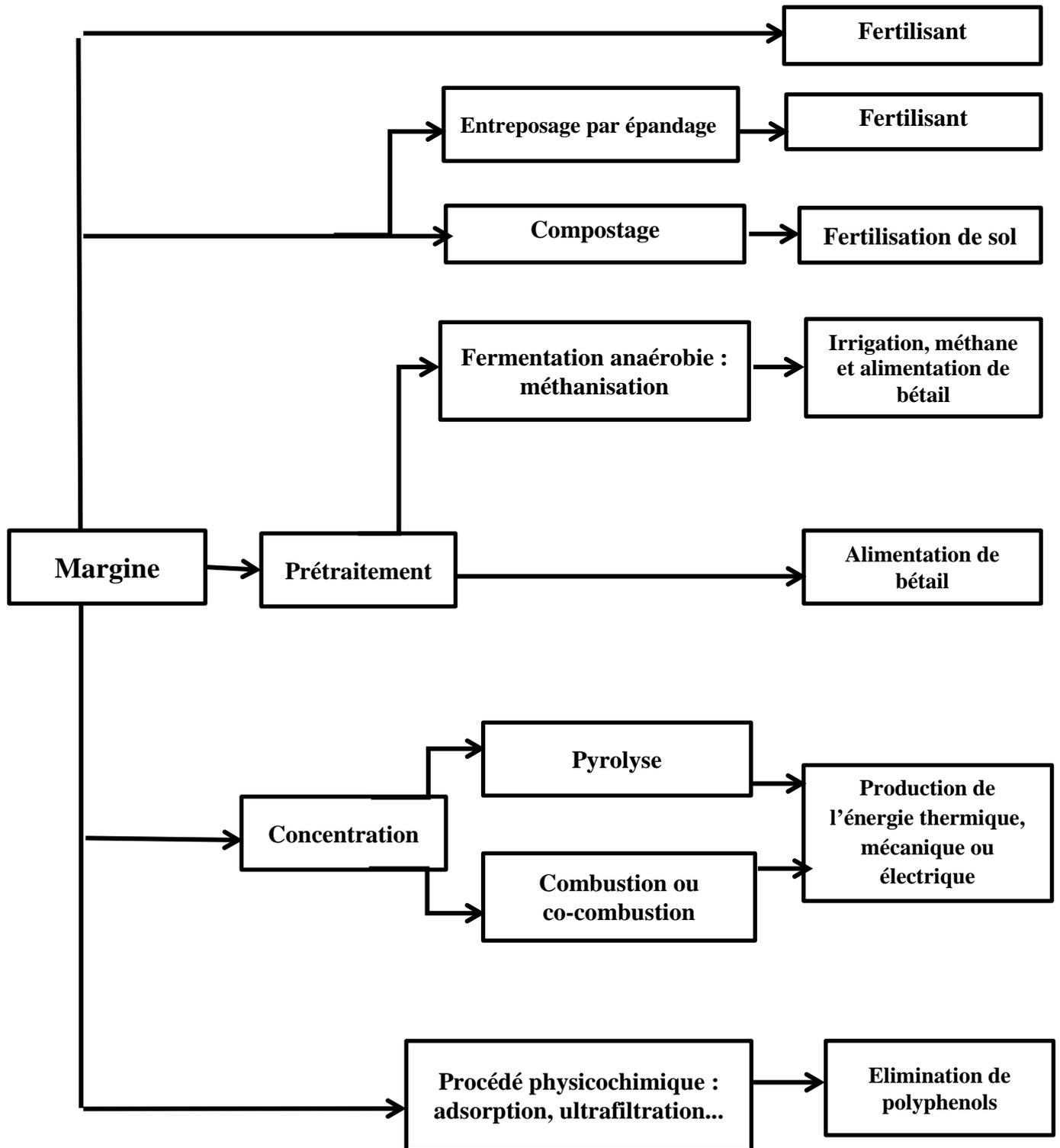
En effet l'évaporation est difficile à cause de la couche huileuse qui se forme en surface. L'infiltration des polluants vers le sous-sol et vers la nappe phréatique est à prendre en compte car les concentrations en certains éléments présents dans les margines dépassent les normes de rejet en milieu naturel (Paraskeva et Diamadopoulos, 2006).

L'utilisation des margines comme fertilisant pour les sols et les cultures est une pratique courante qui permet de résoudre partiellement le problème de l'élimination de ces effluents liquides. Comme les margines sont très riches en matières organiques et en nutriments, les sols arides peuvent bénéficier de cette utilisation, notamment les pays producteurs de l'huile d'olive qui se situent dans les régions arides et semi arides (Morisotand Tournier, 1986; Saviozzi et al., 1993 ; Riffaldi et al., 1993 ; Paraskeva et Diamadopoulos, 2006).

La valorisation agricole des margines par compostage a pour but essentiel de fixer les éléments fertilisants sur un substrat carboné au cours d'un processus aérobie, pour les restituer au sol en fonction des besoins des plantes. L'apport de compost peut s'effectuer en fonction d'un calendrier agricole traditionnel; dans cette solution les éléments fertilisants sont mieux intégrés dans le complexe humique et sont mis progressivement à la disposition de la plante par la biodégradation de la matière organique; de ce fait ils sont moins susceptibles de migrer en grosse quantité vers la nappe.

Plusieurs techniques de traitement des margines par voie anaérobie peuvent être améliorées pour permettre la valorisation des sous-produits de traitement. L'effet antioxydant des polyphénols reste le facteur limitant pour ces procédés de valorisation. Une étape de prétraitement est nécessaire afin d'extraire les composés phénoliques (Hamdi, 1996; Sabbeh et al., 2004). Par ce procédé, les margines peuvent donc être revalorisées en eau d'irrigation (eau traitée), en biogaz et en biomasse riche en protéine valorisable en aliment de bétail. En outre, des traitements physico-chimiques ont été proposées : on cite là l'adsorption, l'ultrafiltration, la floculation/la clarification, l'échange d'ions, etc. (Kapellakis et al., 2008).

Par ailleurs, le traitement thermique de ce type de déchet semble une solution pertinente pour l'environnement. Un intérêt particulier est porté par la suite à la voie de valorisation thermique des grignons d'olives et des margines ainsi qu'à l'utilisation des déchets solides comme biosorbant des métaux lourds.



FigureI.9: Différentes filières de valorisation des margines

I.2.4. valorisation de grignon

La première étape de valorisation des grignons bruts, quand ils ne sont pas destinés à la fermentation, est l'extraction de l'huile résiduelle par solvant. Cette technique permet la récupération d'au moins 6% d'huile alimentaire appelée souvent « huile de grignons » (Yacoub, 1997).

Les grignons épuisés constituent, entre autre une matière première pour la production du furfural. En effet, les débris de coques sont assez riches en pentosanes (hydrates de carbone complexes) qui, par hydrolyse, engendrent des pentoses et après dessiccation du furfural. La même réaction produit du méthanol et de l'acide acétique (Yacoub, 1997).

Dans le domaine agricole, les grignons d'olives peuvent être employés comme fertilisant, après avoir subi une prédécomposition ou un compostage pour faciliter sa dégradation et éliminer ses effets phytotoxiques (Nefzaoui, 1991).

Par ailleurs, l'analyse de la composition de cendres issus de la combustion des grignons d'olives permet de les utiliser comme un fertilisant (Topal et al., 2003).

Mieux encore, ce sous-produit de l'industrie oléicole peut être utilisé en tant qu'aliment pour bétail. Les grignons épuisés tamisés (sans noyaux), sont de conservation facile et ont une Séchage Production de furfural, méthanol etc. Compostage Epuisement à l'hexane Grignons d'olives Gazéification Combustion ou Co-combustion Tamisage : Dénoyautage Fermentation anaérobique : Méthanisation Fertilisation des terres Alimentation de bétail Combustion directe Industries des plastiques Production de l'énergie thermique, mécanique ou électrique Production du charbon actif : Dépolluant Fermentation par des champignons Production des arômes Pyrolyse Adsorption des métaux lourds Décontamination des effluents industriels 14 meilleure valeur alimentaire. Ils constituent des réserves alimentaires disponibles pendant les périodes de disette (Nefzoui, 1984).

La fermentation des grignons d'olives en milieu solide par des champignons thermophiles et filamenteux produit une panoplie de composés d'arômes d'intérêt dans les domaines agroalimentaire, cosmétique et même pharmaceutique (Kademi et al., 2003).

Tandis que la fermentation anaérobique des lisiers de vaches avec des grignons d'olives produit du méthane à 57 - 65% du biogaz produit. Ce méthane est utilisé comme une source d'énergie pour le chauffage de l'eau (direct) et en production de l'électricité à usage

domestique (indirect) (Hammad et al., 1999). La biosorption des métaux lourds et de phénols par les grignons d'olives est une technologie alternative dans le traitement des eaux usées et de la margine (Martinez-Garcia et al., 2006; Stasinakis et al., 2008).

Cette technique remplace les méthodes conventionnelles qui sont très chères et peu efficaces. (Pagnanelli et al., 2002) a conclu que les grignons d'olives ont une capacité élevée de rétention de plusieurs métaux à savoir, le cadmium, le plomb, le zinc, etc. Cela dit, la valorisation thermique des grignons d'olives constitue l'alternative la plus pertinente pour la réduction de ces sous-produits oléicoles. En effet, des procédés thermiques convertissent ces grignons en énergie utilisable sous différentes formes. Les trois principales conversions thermo-chimiques des grignons d'olives couramment développées correspondent à la combustion, la pyrolyse, et à la gazéification.

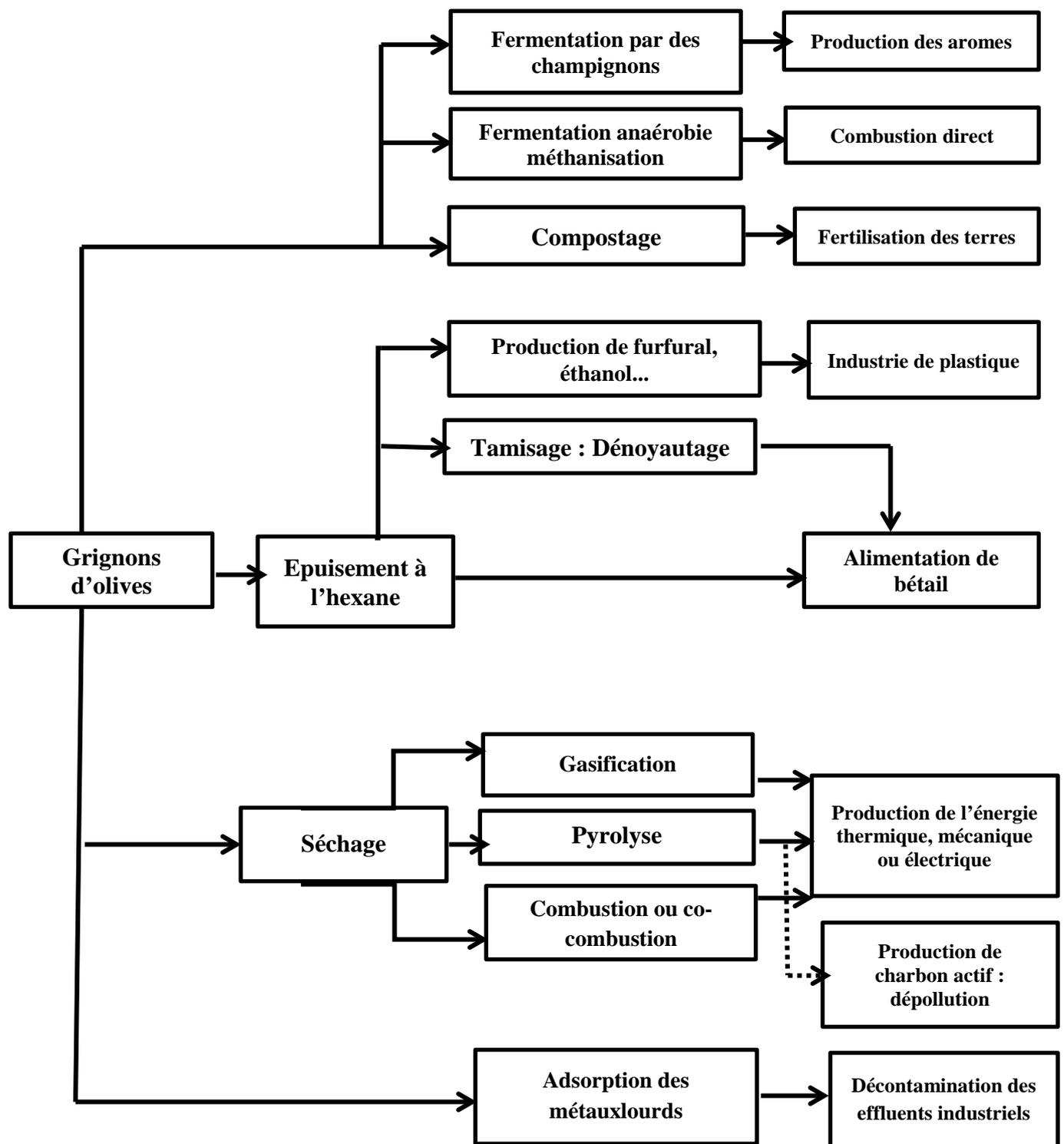


Figure I.10 : Différentes filières de valorisation des grignons d'olives.

I.2.5. Valorisation divers des effluents d'huileries d'olive

Les recherches sont orientées sur la valorisation de ces effluents dans divers domaines tels que l'agriculture, l'industrie et la production d'énergie comme indiqué sur la figure ci-dessous qui présente les principales voies de valorisation des déchets.

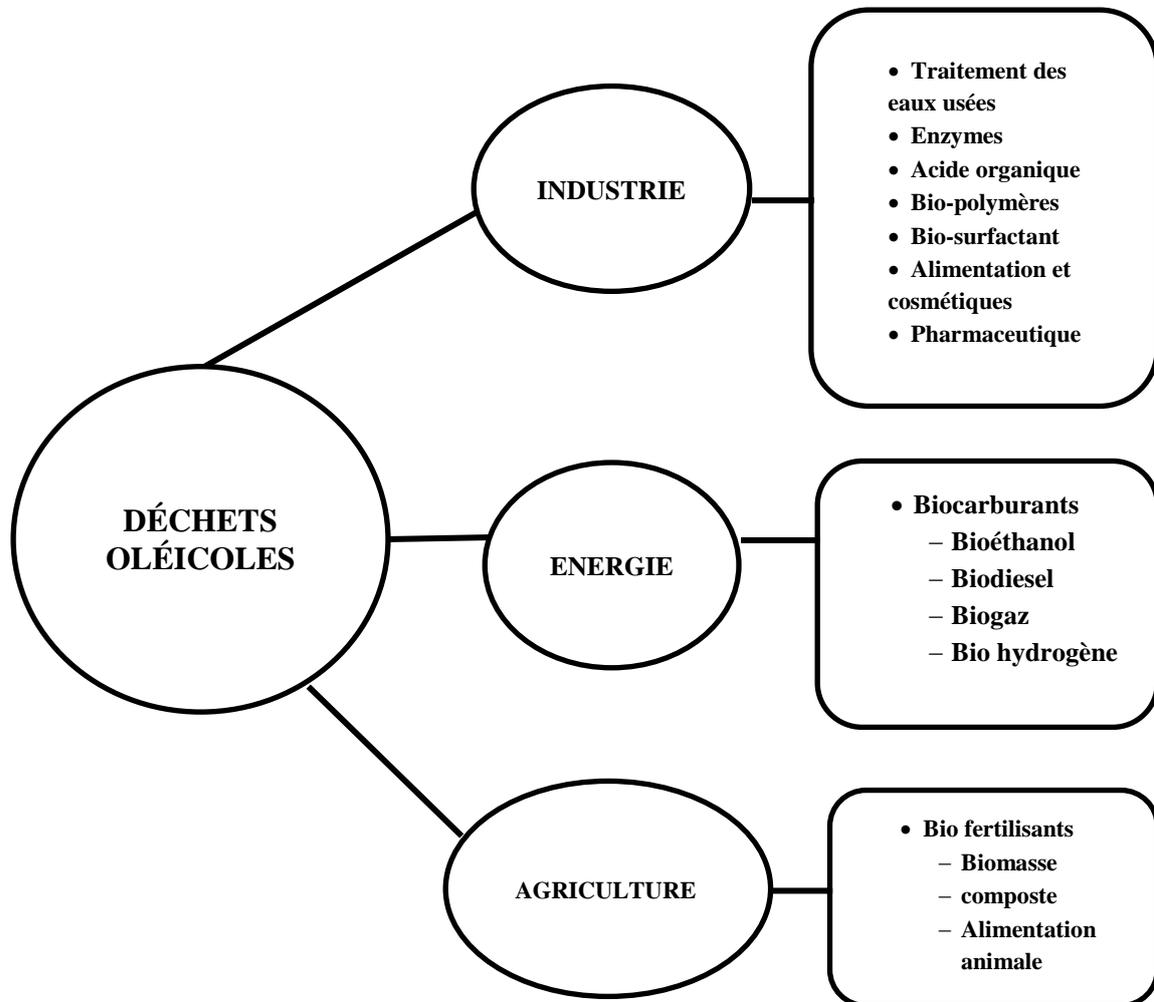


Figure I.11 : Utilisations potentielles des déchets des usines d'olives dans la biotechnologie microbienne (Darvishi, 2012).

I.3. Digestion Anaérobie des déchets

La valorisation énergétique des déchets riche en matières organiques peut pallier de façon non négligeable et remarquable aux demandes sans cesse croissantes en énergies fossiles.

La production du biogaz par méthanisation est le meilleur exemple de conversion de la biomasse afin de solutionner de façon durable les problèmes cruciaux causés par ces déchets (Oliva et al., 1989).

La digestion anaérobie est un mode de traitement et de valorisation de la biomasse riche en matière organiques pour aboutir à la formation d'un biogaz riche en CH_4 , et un digestat capable de régénérer les sols pauvres tout en réduisant au minimum la pollution et les nuisances causées par les rejets de déchets de métiers organiques.

La méthanisation est une application efficace pour la sauvegarde de l'environnement. L'emploi des digesteurs a été exploité en premier temps dans le domaine de traitement des eaux usées. Il voit aujourd'hui son extension au traitement de la biomasse solide (Andreoni, 1989).

I.3.1. Définition

La méthanisation ou la digestion anaérobie est une série d'opération de dégradation biologique de matières organiques par une flore microbienne qui se produisent en absence d'oxygène (Turick et al., 1994).

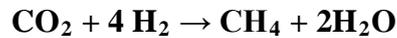
Les produits résultant de la dégradation peuvent être classés en deux catégories, le biogaz et le digestat. Le biogaz est un mélange de méthane (CH_4), de dioxyde de carbone (CO_2) et de vapeur d'eau (H_2O). Le méthane est le principal constituant du gaz naturel. Le digestat est le résidu liquide contenant les matières non dégradées.

I.3.2. Les étapes métaboliques de la méthanisation

Le procédé de la digestion anaérobie, s'effectue en quatre étapes (Cheremisinoff, 2003). Il s'agit des étapes:

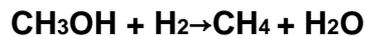
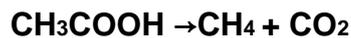
- a) **Hydrolyse** : les macromolécules sont coupées progressivement en monomères solubles par des enzymes extracellulaires (cellulases, hydrolases, amylases,...) ;
- b) **Acidogénèse**: les monomères issus de l'étape d'hydrolyse, sont transformés en acides organiques et alcools avec une libération d'ammonium (NH_4^+), de dioxyde de carbone (CO_2) et d'hydrogène (H_2);

- c) **Acétogénèse**: les produits de l'acidogénèse sont transformés en acide acétique (CH_3COOH) mais aussi en CO_2 et H_2 .
- d) **Méthanogénèse**: dernière étape au cours de laquelle est formé le méthane selon deux voies principales et distinctes, celle de l'acétate et celle du mélange H_2/CO_2 :



Ces quatre étapes sont étroitement liées mais présentent des cinétiques de réaction différentes. Selon le substrat de départ, la vitesse globale de transformation dépendra d'une éventuelle étape limitante.

La voie principale de formation du méthane provient de l'acétate. Il existe d'autres voies de formation à partir d'autres substrats (méthanol, formate, méthylamines ...) mais leur importance quantitative est négligeable par rapport aux deux voies précédentes.



Il est à noter que les deux premières étapes (l'hydrolyse et l'acidogène) sont souvent regroupées car elles sont effectuées par les mêmes populations de microorganismes.

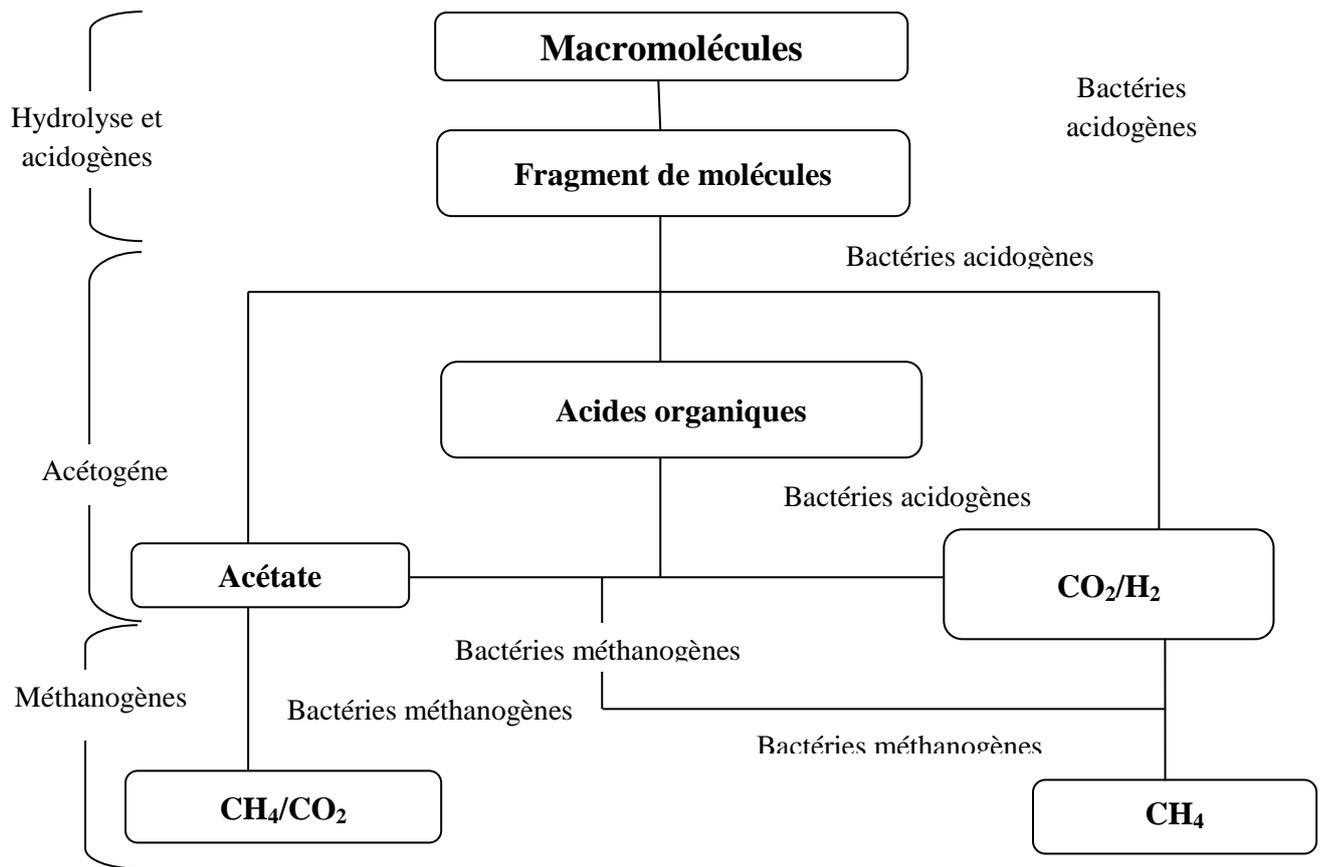


Figure I.12 : Schéma métabolique de la digestion anaérobie (ADEME, 1999)

I.3.3. La Méthanisation Liquide

La digestion anaérobie des déchets liquides est la plus souvent rencontrée à l'échelle industrielle.

I.3.3.1. Origine des déchets liquides

Les déchets liquides proviennent de différents secteurs comme les collectivités (station d'épuration), les industries agro-alimentaires, les déchets de fermes (déjections animales comme les lisiers, les purins), les déchets des abattoirs (lavage, sang). Parmi ces déchets liquides précités, la méthanisation des boues de STEP est la plus développée au cours de ces 20 dernières années dans la zone Européenne, à cause de son pouvoir méthanogène non négligeable, ainsi que les valeurs seuil réglementaires de certains polluants, contenus dans les boues avant d'être déversées dans les milieux naturels. La technologie de la digestion anaérobie des boues de STEP présente un double intérêt : d'une part, elle réduit la pollution des milieux naturels (sol, mer, lac) et d'autre part elle peut produire de bioénergies via le biogaz (Moletta et Verstraete, 2008).

I.3.3.2. Le temps de séjour hydraulique

Le temps de séjour hydraulique (TSH) est le temps moyen passé par le produit, dans un réacteur, pour un milieu fonctionnant en mode continu.

Le TSH est donné par le rapport du volume du liquide du réacteur au débit volumique du rejet liquide traité.

$$TSH = \frac{V_L}{Q} \quad (I.1)$$

Où V_L (en L) est le volume total du réacteur (effluent) et Q (en $L.j^{-1}$) est le débit volumique du bioréacteur.

I.3.3.3. Le ratio C/N

Pour la méthanisation des effluents liquides, le rapport de C/N est défini par le rapport entre le carbone organique (sous forme de DCO) et l'azote organique total. Ce rapport définit le taux de nutriments (azote) présent dans le réacteur. Le ratio C/N peut aussi définir l'apport d'azote. Pour les effluents liquides provenant des épurations des eaux usées, un réacteur à 400/7 (environ 57) est considéré à forte charge organique (Henze et Harremoes, 1983; Stronach et al., 1987). Dans le cas des fermentations liquides, la valeur optimale peut descendre jusqu'à 15 (Romano et Zhang, 2008).

I.3.3.4. La température

La température fait partie des paramètres physico-chimiques qui interviennent directement sur le temps de séjour hydraulique. La température affecte la croissance des microorganismes selon le mode de fonctionnement (psychrophile, mésophile, thermophile). L'activité des microorganismes pendant les phases d'hydrolyse et de méthanogenèse a un rapport direct avec la température. Une phase d'hydrolyse en régime thermophile accélère la réaction d'hydrolyse (El-Mashad et al., 2004) tandis que pour la méthanogenèse, les deux modes (mésophile et thermophile) ont comme valeurs optimales 35° et 55°C respectivement, sont favorables pour le développement des microorganismes, en fonction de la texture (de l'état physique) des substrats (Pohland, 1992).

I.3.3.5. L'inoculation

L'inoculation ou l'ensemencement d'un réacteur s'effectue en général pendant sa phase de démarrage. L'ensemencement est aussi traduit par le principe de dilution à laquelle une quantité journalière en matière fraîche est introduite (pour un mode de digestion en discontinu alimenté, fedbatch). Pour un réacteur en continu de type infiniment mélangé, cet

ensemencement se traduit par la recirculation des boues (Camillieri, 1988). Le but de l'ensemencement d'un réacteur est d'optimiser la charge volumique pendant la phase de démarrage de la méthanisation en cas de substrat pauvre en matières organiques.

En cas de lessivage, l'inoculation permet de compenser cette perte de biomasse. L'inoculation favorise l'équilibre de l'environnement du milieu réactionnel (ajustement du pH, pouvoir alcalin).

La méthanisation ne se limite non seulement au type de substrat liquide. Tous déchets organiques sont méthanisables qu'ils soient liquides ou solides. La digestion anaérobie des déchets solides (dite par voie sèche) est très délicate à mettre en œuvre. Un prétraitement de ce type de déchets est souvent nécessaire.

I.3.4. Méthanisation Des Déchets Solides

I.3.4.1. Origine des déchets liquides

Les déchets solides souvent traités par voie biologique à partir de la méthanisation sont d'origines urbaines, industrielles (agro-alimentaires) ou en provenance d'élevages et de cultures. D'après les travaux de De Baere (De Baere, 2006), la technologie de la méthanisation de la fraction organique des ordures ménagères (FOOM) et les déchets agricoles par voie sèche a débuté dans les années 90.

I.3.4.2. Paramètres importants pour la méthanisation des solides

La taille des substrats et la température de travail du milieu réactionnel jouent un grand rôle dans la digestion anaérobie des déchets solides. La taille des substrats intervient dans la durée de la digestion des co-produits solides. Le temps de recouvrement des particules par les bactéries est lent, ce qui ralentit la phase d'hydrolyse. La réduction de la taille des particules à une valeur optimale améliore la réaction d'hydrolyse des polymères et permet de réduire le temps de séjours des solides.

➤ La taille des substrats

Les substrats en fines particules favorisent le développement du métabolisme de la fermentation anaérobie. Lorsque la taille des particules est réduite, la surface de développement des bactéries augmente. Cette augmentation de surface de développement des bactéries favorise la dégradation des substrats difficilement dégradables comme les restes de repas, le fumier. D'après les travaux de Sharma (Sharma et al., 1988), et Mshandete (Mshandete et al., 2006)

➤ **Le taux de matières sèches**

Les restes de repas et les déjections animales (fumiers) présentent une forte teneur en matières sèches (20 à 30%). La méthanisation de ces types de co-produits fait partie du principe de la digestion sèche ou digestion solide qui est très délicate à mettre en œuvre.

➤ **La température**

Afin d'accélérer le processus, c'est à dire réduire le temps de la phase de l'hydrolyse, et de l'acidogénèse, un mode thermophile pourrait être adopté pendant la phase de démarrage (Hartmann et Ahring, 2006). Ce mode thermophile est aussi avantageux pour la digestion anaérobie des co-produits riches en matières organiques solubles dans le sens où le taux de rendement de biogaz produit est plus important par rapport au régime mésophile. La digestion anaérobie des fractions organiques des ordures ménagères est favorable en régime thermophile (55°C), non seulement la phase d'hydrolyse des substrats est accélérée mais aussi le taux de rendement de méthane est amélioré (El-Mashad et al., 2004).

➤ **L'alimentation du milieu réactionnel**

Il est nécessaire d'inoculer le milieu réactionnel d'une digestion sèche par des effluents liquides, afin d'accélérer les réactions du processus de digestion anaérobie. L'inoculation pendant la phase d'acidogènes peut améliorer la performance de la méthanisation des déchets urbains jusqu'à 30%, (Mata-Alvarez, 2003).

I.3.5. 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 coproduits 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 coproduits peuvent résulter la co-digestion anaérobie). La co-méthanisation présente plusieurs avantages par rapport à la méthanisation d'un seul produit. Le principal avantage de la co-méthanisation résultant de l'association de plusieurs coproduits est l'augmentation du rendement en méthane du biogaz produit pendant le processus

I.3.6. Biogaz

I.3.6.1. Définition

Le biogaz est un mélange de gaz carbonique et méthane provenant de la dégradation des matières organiques, végétales ou animales, dans un milieu en raréfaction d'air (dite fermentation anaérobie ou méthanisation). Cette fermentation est le résultat de l'activité microbienne naturelle ou contrôlée (Solagro,2001).

I.3.6.2. Caractérisation du biogaz

I.3.6.2.1. La composition chimique de biogaz

Le biogaz se caractérise par sa composition chimique et les caractéristiques physiques qui en découlent (Solagro, 2002). La quantité et la composition chimique de biogaz dépendent, du substrat, de sa DCO, du débit d'alimentation du digesteur (s'il s'agit d'une alimentation en continu), de la qualité de l'agitation, du temps de séjour dans le réacteur et de température de fermentation. La quantité et la qualité de biogaz dépendent de : le pH, la teneur en matière sèches du substrat, le rapport carbone / azote, le temps de séjour dans le digesteur, l'homogénéité et la granulométrie du substrat.

Tableau I.5: Composition volumique du biogaz issu de déchets organiques

Gaz produits en conditions anaérobie	Teneurs habituels
CH ₄	50 à 70 %
CO ₂	30 à 50 %
H ₂ S	0 à 8 %
N ₂	0 à 20 %
CO	Traces

I.3.6.2.1. Les caractéristiques du biogaz

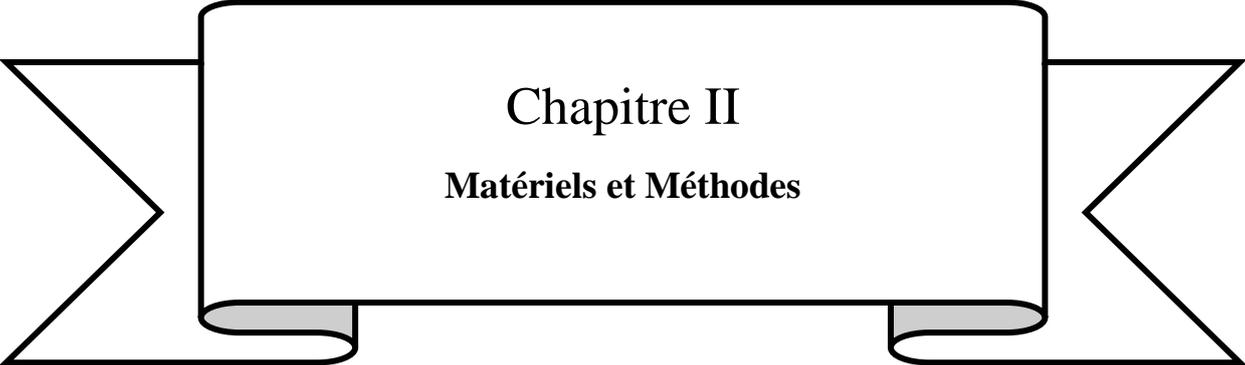
A titre indicatif, 1m³ de biogaz; contenant 70% de méthane et 30% de gaz carbonique, libère par combustion environ 6000 Kcal. Son pouvoir calorifique peut être comparé à celui d'autres combustibles ou d'autres sources énergétiques (ZanchettaetMoletta,2003).1m³ de biogaz (70% CH₄et 30% CO₂) équivaut énergétiquement à :

- **0,81 L** d'essence ;
- **1,2 L** d'alcool a brûlé ;
- **0,7 L** de mazout ;
- **0,9 Kg** de charbon ;
- **1,5 Kg** de bois ;
- **6,8 kW/h** d'électricité ;
- **0,66 m³**de gaz naturel.

I.3.6.3. La valorisation de biogaz

La valorisation énergétique du biogaz peut prendre plusieurs formes:

- La production de la **chaleur** : le biogaz est brûlé dans une chaudière classique ; La production **séparée** de **chaleur** et d'**électricité** : d'une part le biogaz est brûlé dans une chaudière et d'autre part dans un moteur thermique relié à un alternateur qui produit de l'électricité
- La production combiné de chaleur et l'électricité ou la **cogénération** : le biogaz alimente un moteur thermique relié à un alternateur qui produit l'électricité et de la chaleur est récupérée dans les gaz d'échappement et au niveau du moteur
- L'injection de biogaz dans le réseau de gaz de ville après épuration
- **Un carburant pour automobile**: une unité traitant 20000 t/an de déchets peut produire une quantité carburant qui permet à 2000 voitures de parcourir 10000 Km/an.
- Un Kilogramme de déchets correspond donc à la **consommation de carburant pour un parcours d'un Kilomètre en voiture** (Amhoud, 1997).



Chapitre II
Matériels et Méthodes

Le travail expérimental de cette étude a été mené dans le laboratoire de Biomasse Unité de Recherche Appliquée en Energies Renouvelables (URAER), Ghardaïa. Dans ce chapitre, est décrit le matériel utilisé et les méthodes suivies lors des procédés expérimentaux.

II. 1. Matériels utilisés

Le matériel utilisé dans cette étude est le suivant :

II.1.1. déchets oléicoles

Les grignons d'olives et les margines ont été collectés localement en Janvier 2019 à l'unité d'extraction d'huile d'olive de **TIFIDEL** (région de Belghanem dans la wilaya de Ghardaïa), qui utilise un système de broyage moderne.

Les échantillons de margines ont été prélevés à partir d'un bassin de stockage des margines et transportés dans des bidons de 5 L, puis ont été conservés à l'abri de la lumière à - 4°C. Ces échantillons ont un aspect huileux et visqueux, une couleur brunâtre et une odeur d'olive désagréable (Figure II.1-a).

Les échantillons de grignon d'olive utilisés dans notre expérimentation sont constitués d'olives broyées avec les noyaux. Les grignons sont répartis en fractions de 5kg dans des bidons en plastique puis conservés pour un usage ultérieur. Ces échantillons ont un aspect pâteux, une couleur brunâtre et beige, une texture granulée à grosses particules, humides et présentent une forte odeur d'olive (Figure II.1-b).

II.1.2. déchets avicoles

II.1.2.1. Animaux

Les animaux utilisés dans nos protocoles sont des poules pondeuses. Élevées et acclimatées avant toute manipulation dans l'animalerie du Laboratoire de biomasse dans des conditions d'hébergement conformes à la réglementation. Les expériences sont effectuées en respectant le bien-être de l'animal. Les animaux vivent dans des cages munies de biberons et d'une mangeoire et sont abreuvés à l'eau du robinet et nourris ad libitum avec un régime exclusive en grignon d'olive.

Les échantillons des fientes de poulets fraîchement collectées à l'animalerie de l'URAER. Ces échantillons sont d'un aspect pâteux et mouillés, d'une couleur brunâtre et d'une odeur de fiente désagréable (Figure II.1-c).

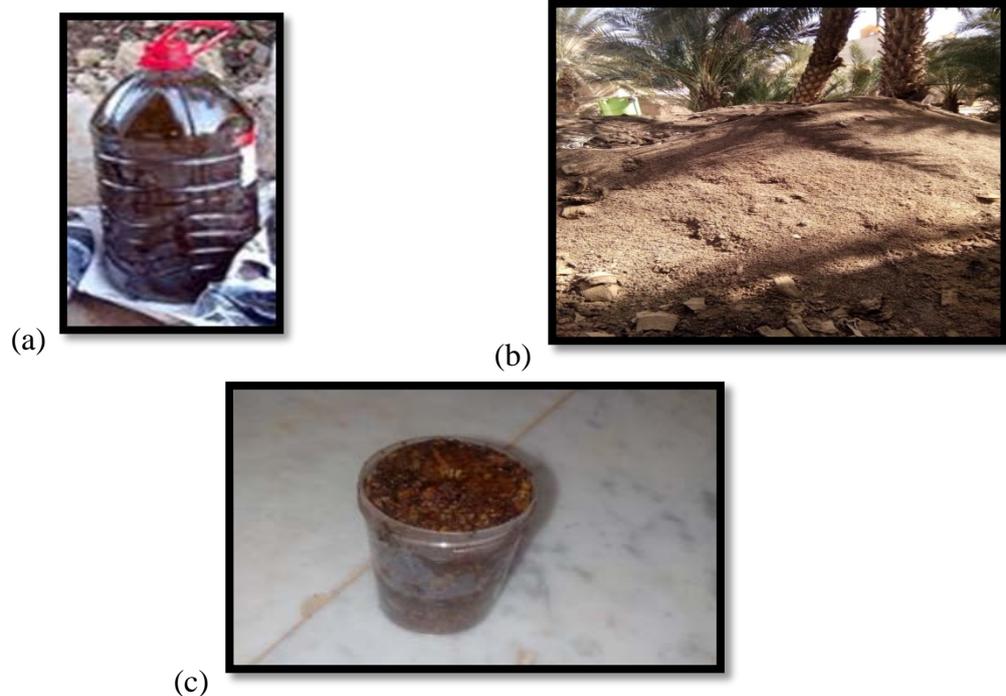


Figure II.1 : Echantillons des sous-produits oléicoles et avicoles utilisés : (a) Margine, (b) Grignon d'olive, (c) Fiente de poulet

II.2. Méthodes

II.2.1. Traitement des échantillons

II.2.1.1. Grignon d'olive

Les grignons d'olives ont été séchés avec deux méthodes :

- a) Séchage à l'air libre à une température 25°C.
- b) Séchage à l'étuve à une température de 35°C.

Le protocole de préparation du grignon d'olive est schématisé sur la figure II.2.

II.2.1.2. Margine

Les margines ont subi une filtration pour éliminer les résidus solides.

II.2.1.3. Fientes de poulets

Les fientes fraîches collectées des poulaillers et après dilution (raclage avec le jus de processus) passent à travers un filtre, les fientes humides seront débarrassées des gros éléments tels que les plumes et le sable. Les fientes fraîches subiront un dernier traitement avant la digestion anaérobie pour la régulation du pH.

II.3. Méthodes analytiques

II.3.1. Détermination des paramètres physico-chimiques

La caractérisation physico-chimique est basée sur l'étude des paramètres suivants : la conductivité, le pH, la turbidité, et la salinité...etc. Cette caractérisation concernant la margine, le grignon et le milieu réactionnel de la co-méthanisation avant et après la digestion anaérobie.

➤ Acidité (pH)

Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre type (HANNA instruments modèle 255).

➤ Conductivité électrique, salinité, Oxygène dissous, Résistivité et TDS

La conductivité électrique, la salinité, l'oxygène dissous, la résistivité et le TDS sont mesurés à l'aide d'un multi paramètre type (HANNA instruments modèle HI 9829).

➤ Densité

La densité d'un corps est un rapport entre la masse volumique de fluide et la masse volumique d'un corps pris comme référence (l'eau).

$$D = \frac{\rho_{corps}}{\rho_{réf}} \quad (\text{II.1})$$

Où ρ_{corps} est la masse volumique de la margine et $\rho_{réf}$ est la masse volumique de l'eau.

➤ La matière sèche (MS)

La détermination de la teneur en matière sèche a été réalisée selon la norme ASTM.

$$MS\% = \left(\frac{M_1}{M_2} \right) \times 100 \quad (\text{II.2})$$

Avec :

M_1 : Masse de l'échantillon avant le séchage.

M_2 : Masse de l'échantillon après le séchage.

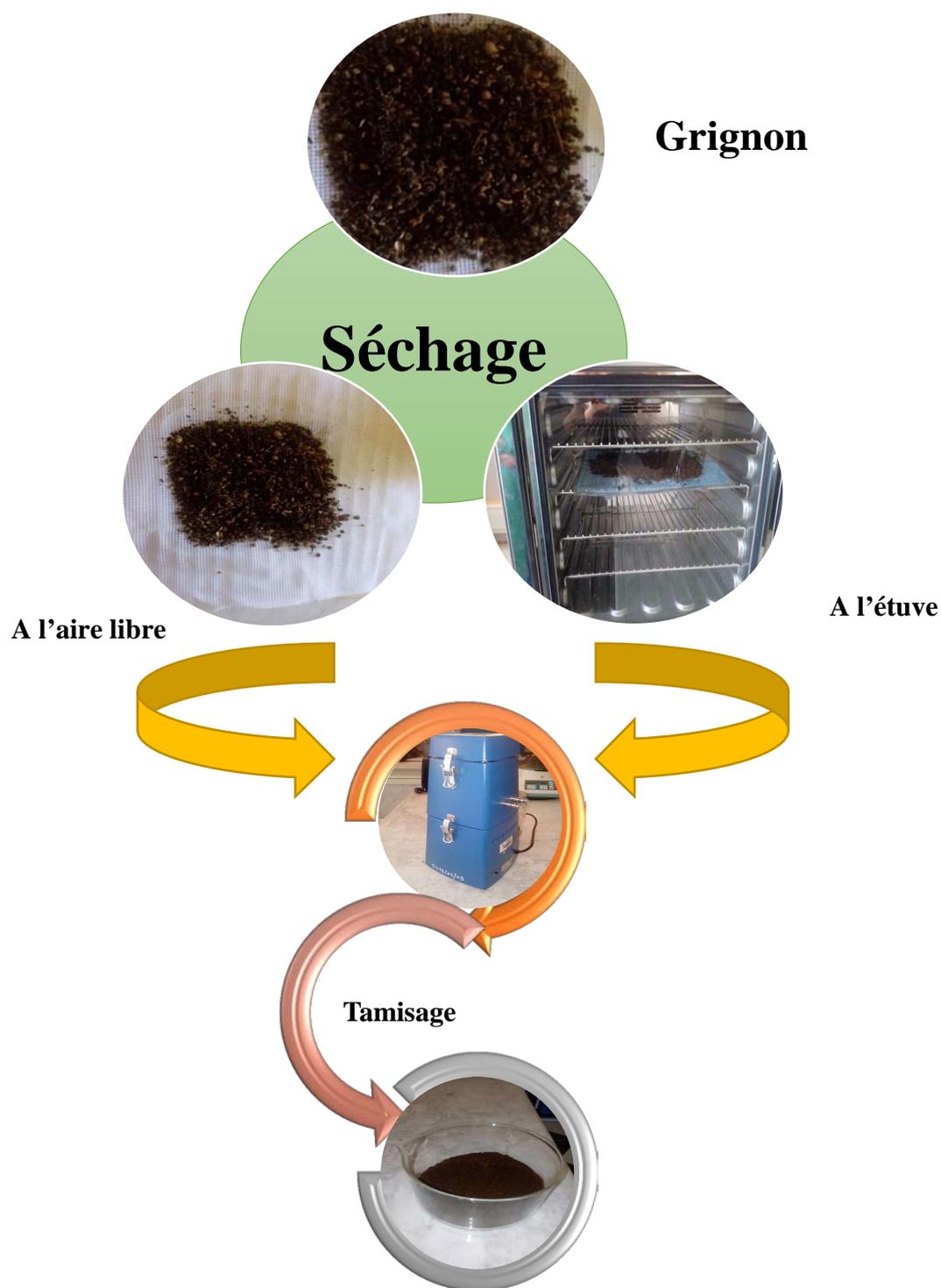


Figure II.2 : Protocole de préparation de Grignon d'olive

➤ **La matière volatile (MV)**

La détermination de la teneur en matière volatile a été réalisée selon la norme ASTM.

$$MV\% = MS\% - MR\% \quad (\text{II.3})$$

Avec :

MV : Matière Volatile.

MS: Matière Sèche.

MR: Matière Résidus.

➤ **La teneur en matière organique (MO)**

La détermination de la teneur en matière organique a été réalisée selon la norme ASTM.

$$MO\% = \left(\frac{M_2 - M_3}{M_2} \right) \times 100 \quad (\text{II.4})$$

M_2 : Masse de l'échantillon après dessiccation.

M_3 : Masse de l'échantillon après calcination.

➤ **Teneur en eau**

En physique des milieux poreux, on désigne par teneur en eau la quantité d'eau liquide contenue dans un échantillon de matière, la quantité étant évaluée par un rapport pondéral ou volumétrique. Cette propriété intervient dans un large éventail de disciplines scientifiques et techniques, et s'exprime comme un rapport.

a) La teneur en eau du grignon

La détermination de teneur en eau du grignon selon la norme (NF V 03-921)

Elle est déterminée comme suit :

$$TE = \left(\frac{P_f - P_s}{P_f} \right) \times 100 \quad (\text{II.5})$$

TE : Teneur Eau.

P_f : Poids frais.

P_s : Poids sèche.

b) La teneur eau des margines

Elle est déterminée par la différence entre le poids frais d'un échantillon de margine, et son poids sec après passage à l'étuve à 105°C, jusqu'à la stabilité du poids (Gautier et al., 1984).

Elle est déterminée comme suit :

$$TE = \left(\frac{P_f - P_s}{P_f} \right) \times 100 \quad (\text{II.6})$$

TE : Teneur eau.

P_f : Poids frais.

P_s : Poids sèche.

➤ La Matière en suspension(MES)

La notion de matière en suspension (ou particules en suspension) désigne l'ensemble des matières solides insolubles visibles à l'œil nu présentes en suspension dans un liquide. Elle est déterminée par filtration sur du papier filtre de porosité 0.45µm de diamètre.

La teneur en MES est déterminée par différence de poids du papier filtre avant et après filtration et séchage à l'étuve à 105°C pendant 24h. (Rodier, 1996)

$$MES = \left(\frac{P_F - P_S}{P_F} \right) \times 100 \quad (\text{II.7})$$

P_F : Poids frais

P_S : Poids sec.

➤ Les taux d'humidités

D'après la méthode d'Aubert, 1978. Elle est déterminée par la différence entre le poids frais d'un échantillon, et son poids sec (après passage à l'étuve à 105°C pendant 2h).

$$H \% = \left(\frac{P_1 - P_2}{P_1 - P_3} \right) \times 100 \quad (\text{II.8})$$

P₁ : Poids de la capsule vide.

P₂ : Poids de la capsule et d'échantillon frais.

P₃ : Poids de la capsule sec.

➤ **La matière grasse (margine et grignon)**

a) La teneur en matière grasse de grignon (NF EN ISO 734-1,2000)

Les corps gras (matière grasse) sont les substances organiques qui peuvent être extraits à partir des fruits par des solvants organiques non polaires au moyen de l'appareil soxhlet. (Figure II.3). La teneur en matière grasse est déterminée selon la formule suivante :

$$MG\% = \left(\frac{P_2 - P_1}{P_3} \right) \times 100 \quad (\text{II.9})$$

P_1 : Poids du ballon vide.

P_2 : Poids du ballon avec l'huile extraite.

P_3 : Masse la prise d'essai.

b) La teneur en matière grasse de margine

La matière grasse a été extraite selon la méthode de Bligh et Dyer (Figure II.4).

➤ **Le carbone organique totale (COT)**

La détermination du COT est obtenue par l'équation suivant

$$COT\% = \frac{MO\%}{1,8} \quad (\text{II.10})$$

➤ **L'indice de réfraction**

L'indice de réfraction provient du phénomène de réfraction qui désigne le changement de direction de la lumière au passage d'un milieu à un autre. La notion d'indice a d'abord été introduite empiriquement comme coefficient dans les lois de Snell-Descartes. La mesure de l'indice de réfraction a été effectué à l'aide d'un refractomètre de marque : **ATAGO PAL-79S T.A.1990 (0-26%)**

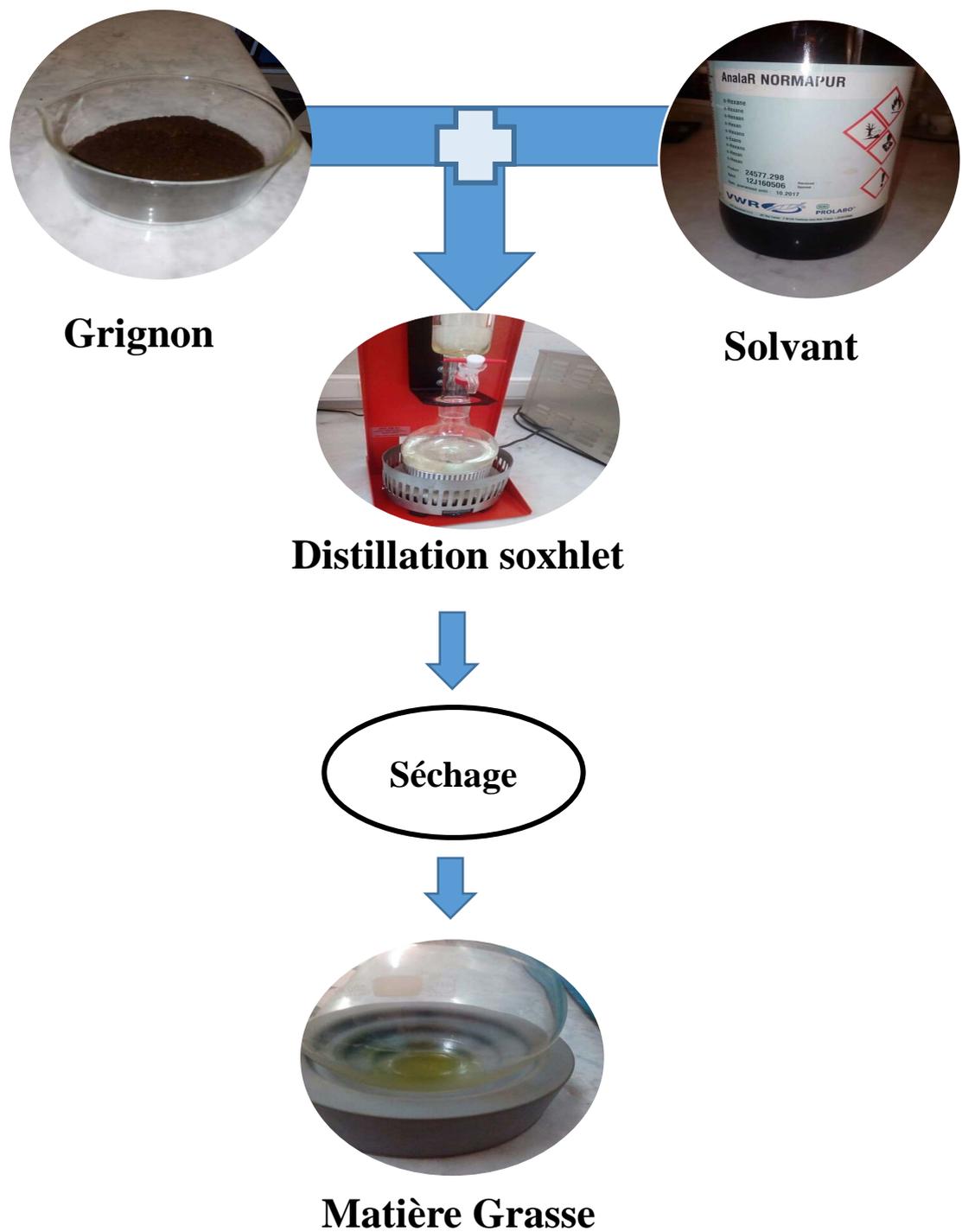


Figure II.3 : Détermination de la matière grasse selon la méthode de soxhlet.

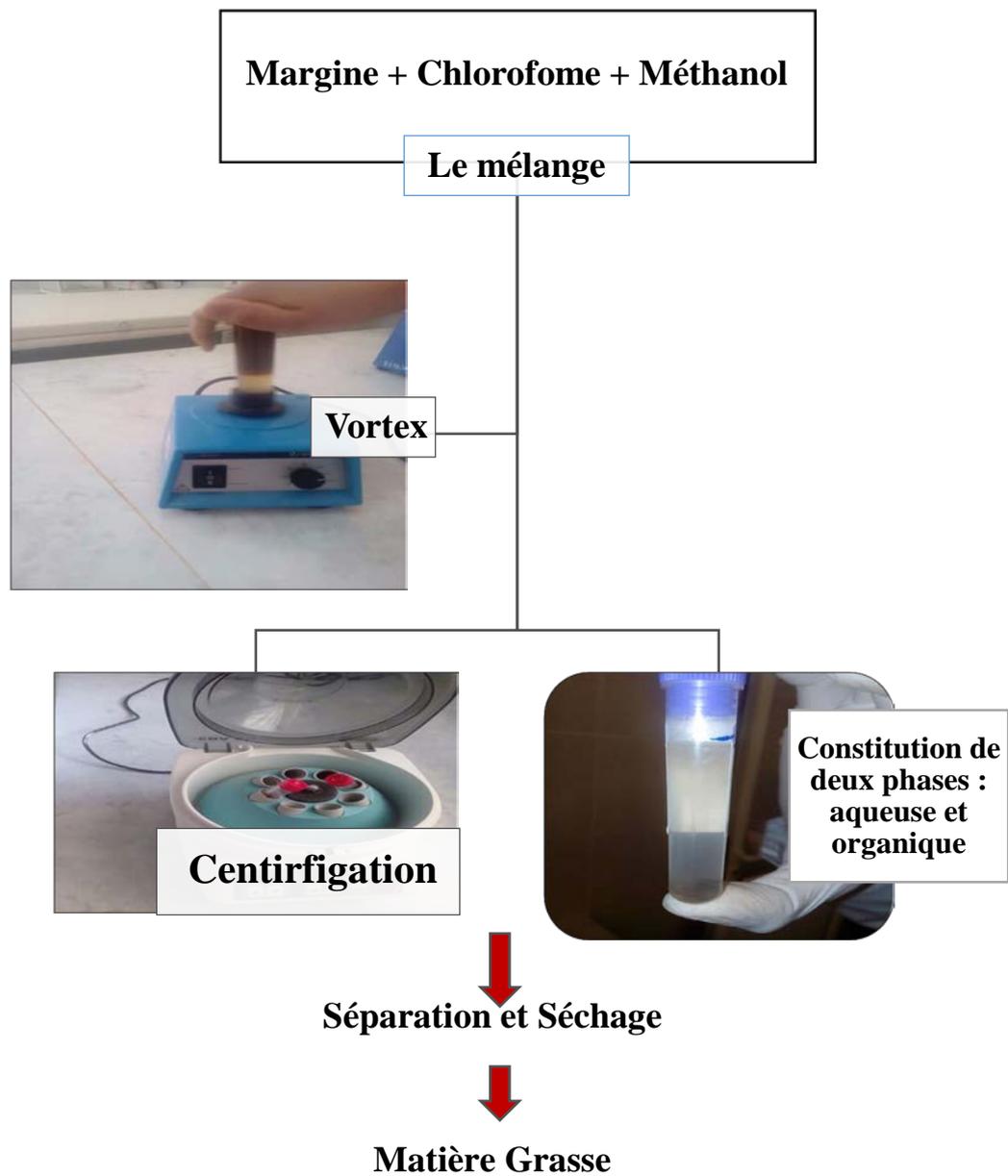


Figure II.4 : Protocole pour déterminer la matière grasse par centrifugation.

II.3.2. Détermination des paramètres microbiologiques

Les analyses microbiologiques sont réalisées à travers le dénombrement des bactéries, des levures et des champignons

II.3.2.1. Dénombrement de la flore microbienne (OMS, 2006)

La détermination de la charge en microorganismes a été effectuée uniquement sur la margine et le suc des fientes des poulets.

Le dénombrement effectué sur les espèces suivant:

- Les germes totaux;
- Les coliformes fécaux;
- Les staphylocoques;
- levures et moisissures.

II.3.2.2. Préparation

Après homogénéisation des échantillons de margines et suc des fientes, une série de dilutions en cascade dans de l'eau physiologique (Na Cl à 0.9%) stérile est réalisée depuis la dilution 10⁻¹ jusqu'à la dilution 10⁻⁶. Les dilutions sont obtenues dans des tubes à essais de 16/160 mm à partir de 1 ml de solution et 9 ml d'eau physiologique stérile. 1 ml de chaque dilution est déposé dans trois boîtes de Pétri de 9 cm de diamètre puis on verse 20 ml de milieu gélosé préalablement stérilisé à 120°C/ 15mn, sous un 1 bar de pression, et refroidi à 45°C. La boîte est ensuite homogénéisée par agitation manuelle et incubée en étuve. Seules les boîtes dont le nombre de colonies est compris entre 30 et 300 sont retenues pour le dénombrement. Les essais sont répétés trois fois.

- a) **la Flore Totale (FT)**, qui renseigne sur la charge bactérienne globale, a été estimée sur milieu PCA (Plate Count Agar) incubé 48 h à 37°C et est exprimée en UFC [unités formant colonies].
- b) **Les coliformes fécaux et totaux** Le dénombrement est effectué sur milieu EMB (éosine méthylène bleu) après 48 h d'incubation à 37°C pour les coliformes totaux et 44,5°C pour les coliformes fécaux.
- c) **Les staphylocoques** sont classés dans le groupe des pathogènes. Leur dénombrement est obligatoire pour s'assurer de l'innocuité de nos échantillons de margine et le suc des fientes. Les staphylocoques sont dénombrés sur le milieu Chapman, Les boîtes sont incubées à 37°C pendant 48heures.

- d) Levures et moisissures :** L'évaluation de l'abondance des levures et moisissures se fait sur milieu (Sabouraud chloramphénicol Agar) après incubation 48 h à 30°C pour les levures et 5-7 jours pour les moisissures.

II.3.3. Co-méthanisation des co-produits liquides et solides

Cette partie présente les différentes installations expérimentales sur la Co-méthanisation des coproduits liquides et solides effectuées avec des dispositifs expérimentaux à l'échelle laboratoire.

Le choix et les proportions (ration %) des déchets utilisés comme substrats initiaux est fixé suite à un travail préliminaire concerne le suivi de l'évolution du milieu réactionnel de la Co-méthanisation des effluents liquides (margine, suc des fientes) et des déchets solides (grignon, fientes de poules). Ce suivi consiste à déterminer les paramètres physico-chimiques du milieu réactionnel des échantillons prélevés au cours de la digestion et de mesurer la production journalière de biogaz.

II.3.3.1. Description du système de fermentation

II.3.3.1.1. Dispositif expérimental : Digesteur discontinu en batch

L'unité d'incubation est un bain marie à thermostat (41°C) contient une Cuves de fermentation hermétiquement fermé et équipé d'un agitateur rotatif mis en marche de façon séquentielle destiné à assurer un mélange suffisant du média (substrat et inoculum).

Le biogaz produit dans le digesteur passe par un tube reliant l'unité d'incubation à un ballon pour stocker le biogaz et a un bec de bunsen pour brûler le biogaz produit (teste Inflammabilité) comme le montre la figure II.5.

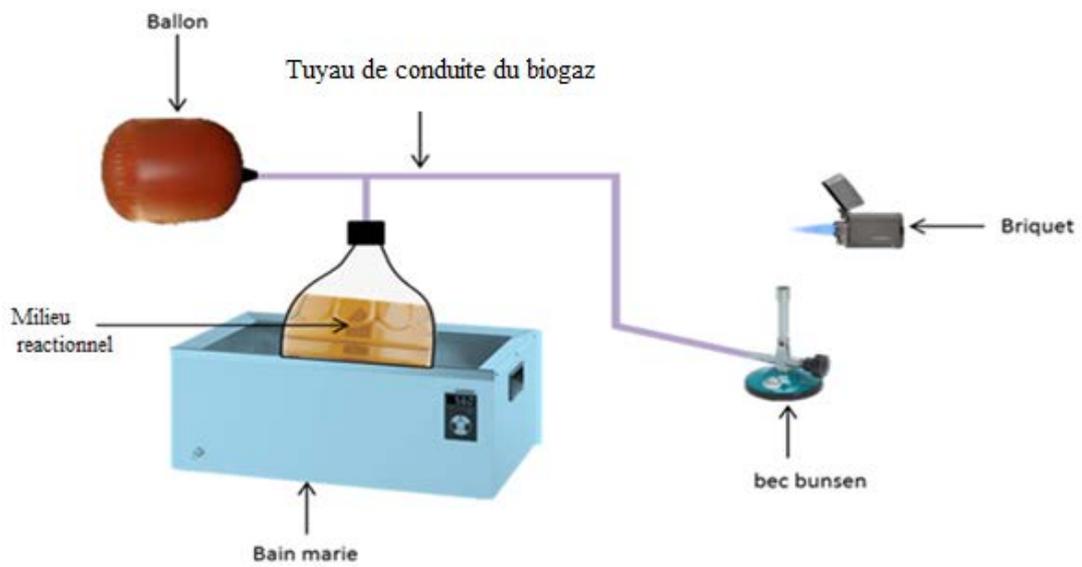


Figure II.5 : Schéma du dispositif expérimental (digesteur discontinu à l'échelle du laboratoire)



Figure II.6 : Photo du digesteur discontinu à l'échelle du laboratoire

II.3.3.1.2. Substrat

Notre travail vise à comparer :

La co-méthanisation des 2 mélanges :

Mélange 1 : des fientes des poulets avec les co-produits liquides (margine).

Mélange 2 : des fientes des poulets avec les co-produits solides (grignon).

La réalisation de la Co méthanisation a pour but de faire les tests des différents mélanges cités précédemment en fonction de la composition bactériologique de chaque composants, il est donc nécessaire de stériliser chaque co-substrat (margine, grignon) . Avant la préparation du milieu réactionnel et laisser seulement les micro-organismes présent dans le substrat pour se développer et cela pour évaluer la pouvoir méthanogène du mélange en fonction de la composition en charge microbienne pour chaque co-produit.

a) Préparation de préculture

Pour réduire, voire éliminer la phase de latence de nos expériences, pendant laquelle les micro-organismes (bactéries) présent dans les fientes des poules développent différentes adaptations avec le milieu de fermentation utilisés. Des pré-cultures sont réalisées à cet effet.

La preculture est obtenu en ensemencant le suc de fiente dans la margine stérilisée par autoclavage à 110 °C pendant 15 mn, la fermentation est conduite dans des fioles rempli au 2/3 de sa capacité et hermétiquement fermé (conditions d'asepsies). Le pH du milieu est ajusté entre 7,2 et 7,5. La température est maintenue à 40 ± 2 °C. La fermentation est conduite en anaérobiose sous agitation continu à une vitesse de 150 tr/min pendant 72 à 96 heures (Figure II.7).

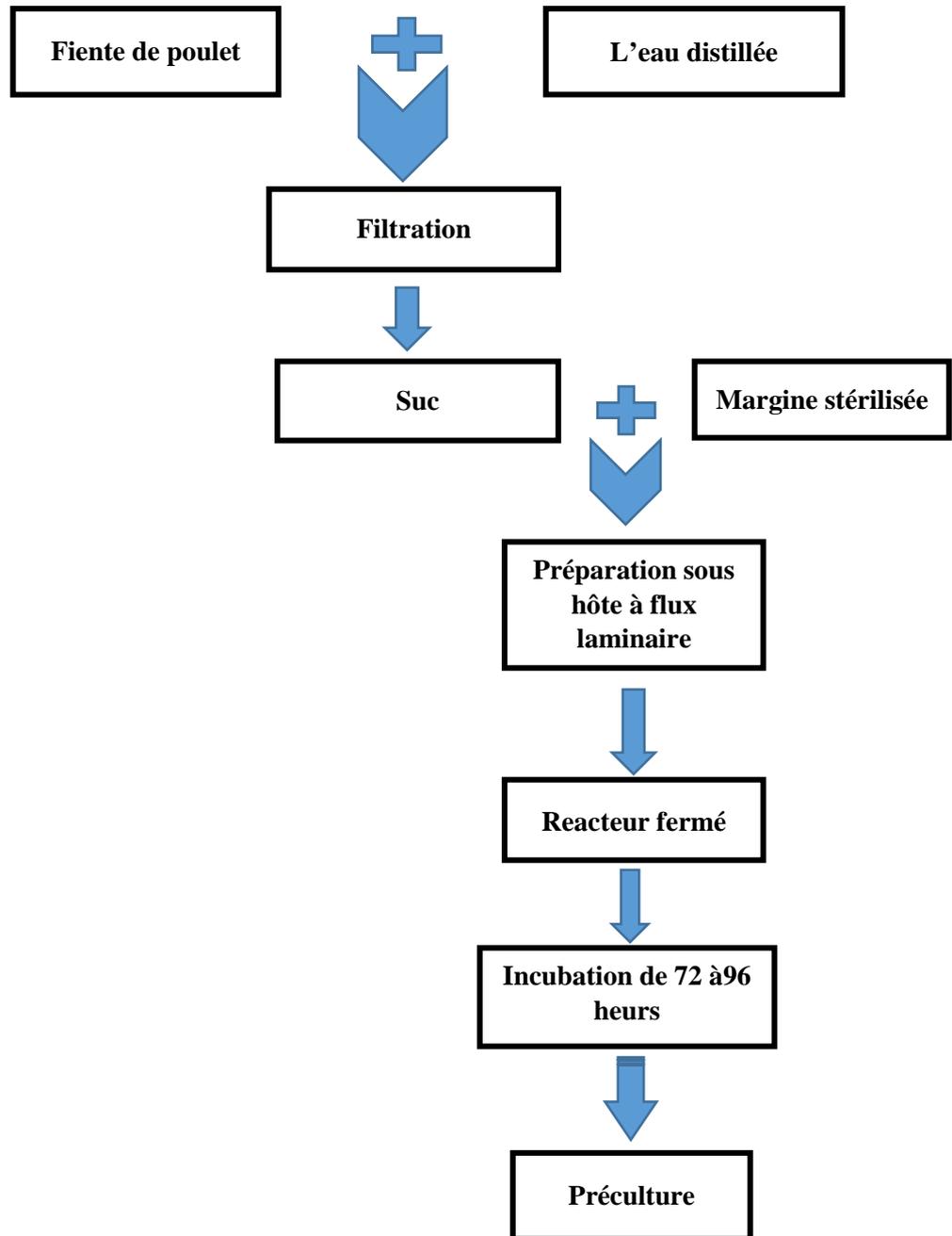


Figure II.7 : Protocole de préparation de préculture

b) Inoculation et incubation

Pour entreprendre la fermentation nous utilisons pour ensemer nos réacteurs des cellules se trouvant en phase de pleine croissance inoculum avec le substrat étudié (milieu réactionnel). Le temps d'incubation est de 10 jours

Le processus c'est déroulé comme suite :

- Pour la fermentation en milieu liquide :

1. Fiente + MN

2. Fiente + MA

Le rapport substrat/ inoculum utiliser pour cette réaction est de **1/1**.

- Pour la fermentation en milieu solide :

1. Fiente + MA + GN

2. Fiente + MA + GA

Le rapport substrat / inoculum utiliser pour cette réaction est de **1/1** avec un taux d'humidité de **70%** auquel nous avons additionné la margine stérilisé pour obtenir le taux approprié (Figure II.8).

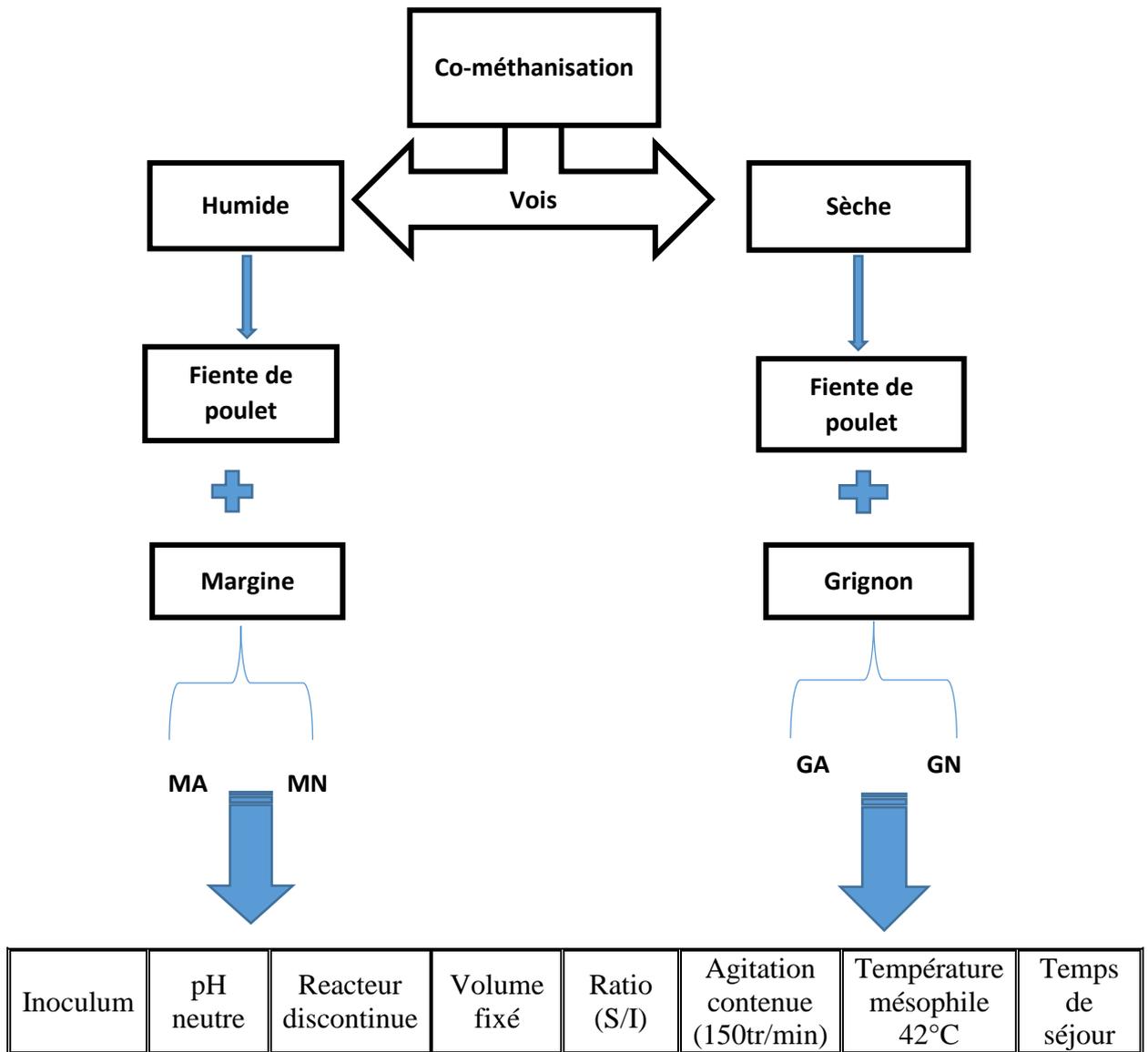


Figure II.8 : Protocole de la co-méthanisation

II.3.2. Paramètres fermentaires mesuré

II.3.2.1. Paramètre physico-chimique

Le suivi du processus de Co-méthanisation consiste à Caractériser le substrat avant et après la Co-méthanisation à cet effet des analyses physico-chimiques (pH, DO, conductivité, température...etc.) du milieu réactionnel sont à effectues.

II.3.2.2. Production de biogaz

La production du biogaz est le but principal de la digestion anaérobie. Durant le déroulement du processus de digestion anaérobie le volume du biogaz produit mesuré de façon régulière par la méthode du liquide déplacé (Figure II.10).

II.4. Méthodes statistiques

Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne \pm erreur standard ($X \pm ES$). Les moyennes sont comparées à l'aide d'un test T de Student pour les données appariées et non appariées. L'analyse statistique est menée à l'aide d'un logiciel de statistique nommé STATISTICA (13.2. 2016). Le seuil de signification retenu est celui qui est habituellement considéré, soit 5%.



Figure II.9 : Photo du système de mesure du volume du biogaz produit

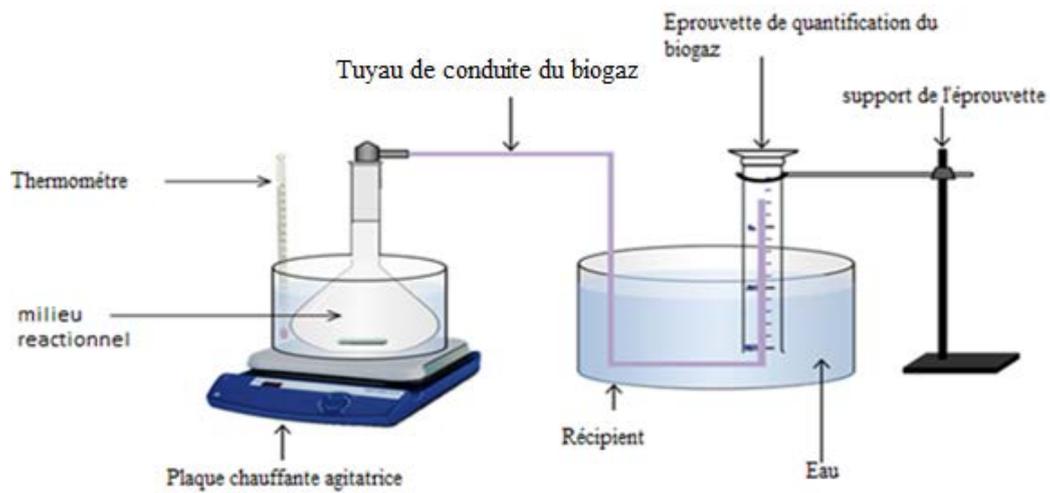
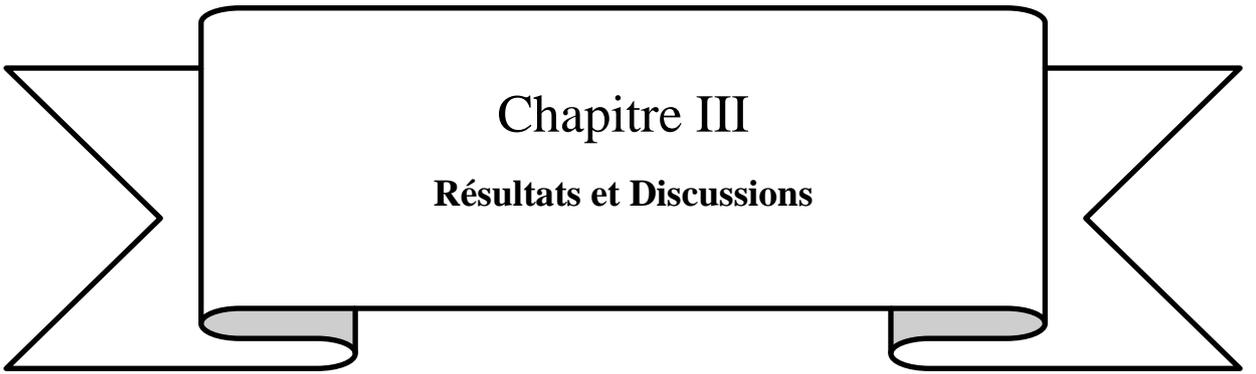


Figure II.10 : Schéma du système de mesure du volume du biogaz produit



Chapitre III

Résultats et Discussions

Ce travail a pour objectif principal, l'évaluation de la production de biogaz suit à une co-digestion anaérobie de la fraction organique agricole résiduaire (fientes de poulets) avec des sous-produits oléicoles grignon d'olives et margine, respectivement, en milieu solide et en milieu liquide.

Notre protocole d'expérimentation s'est basé sur une série d'expériences afin de déterminer les conditions optimales pour la production de biogaz tout en réduisant le temps de séjour.

III.1. Méthodes analytiques

III.1.1. Détermination des paramètres physico-chimiques

III.1.1.1. Margine

Le tableau III.1 représente les valeurs des analyses physico-chimique de margine.

Tableau III.1 : analyse physico-chimique de margine

Paramètre	Valeur
Taux d'humidité (%)	88,460 ± 0,036 *
Matière volatile (%)	71,552 ± 0,178 *
Matière sèche (%)	11,54
Matière minérale (%)	11,242 ± 0,082 *
Matière organique (%)	88,75
Carbone totale (%)	0,149
Densité	1,0163
Matière en suspension (g/l)	0,015
Matière grasse (g/l)	0,07
pH	4,86
pH (mV)	153,0
Redox (mV)	90,9
Oxygène dissous (%)	90,9
Oxygène dissous (mg/l)	2,35
conductivité (µS/cm)	5494

^(*)Les résultats sont des moyennes n=3

D'après les résultats du tableau III.1, nous pouvons dire que :

Ces margines ont une acidité élevée $\text{pH}=4,86$; cette acidité est due à la présence des matières organiques, acides phénoliques et acides gras, elle peut augmenter avec l'augmentation de la durée du stockage, ou cours de laquelle la réaction d'auto-oxydation se manifeste.

Les margines étudiées ont une conductivité électrique trop élevée de l'ordre de 5,494 mS/cm. Cette valeur reflète la teneur élevée en sels présents dans ces effluents. En effet, en plus de la richesse naturelle en sels minéraux, les olives sont conservées au niveau des usines dans le sel commercial, ce qui confère aux margines une forte conductivité électrique.

Les margines étudiées dans ce travail sont très peu chargées en matières en suspensions (0,015g/l) en comparant nos résultats avec ceux obtenus par (Hanafi et al., 2009) (0,213g/l). Ces résultats sont expliqués par l'origine de l'échantillonnage des margines, en effet, ces derniers sont prélevés depuis des bassins de stockage de durée moyenne de (14 jours) et les MES baissent sous l'effet de la décantation.

Les teneurs en macronutriments matière sèche (MS), matière organique (MO) et matière minérale (MM) des margines sont consignées dans le tableau III.1. Il ressort que les taux en MS des margines est de 11,54%. La teneur en MS des margines, enregistrée dans notre étude, est comparable à celle notée dans d'autres travaux qui donnent des teneurs comprises entre 7,1 et 10% (Filidei et al., 2003 ; (Paredes et al., 1999 ; Hachicha et al., 2008).

Les taux d'humidité élevés des margines peuvent s'expliquer par l'eau existant habituellement dans les olives d'une part et d'autre part par l'eau ajoutée au cours du processus d'extraction de l'huile d'olive (Procida et Ceccon, 2006).

Le taux en MO est relativement élevé 88,75%. Cette teneur est comparable à celle rapportée par plusieurs auteurs qui notent des valeurs de 78,57 et 90% (Hachicha et al., 2008 ; Aissam, 2003)

Comme la MM est le complément à 100 de la MO après incinération, il est logique que les teneurs en MM soient l'inverse par rapport aux teneurs en MO. Il apparaît clairement que la margine renferme une teneur en MM faible soit 11,242 %. Malgré la teneur faible en MM des margines algériennes, ce taux reste considérable comparativement à ceux détectés pour des margines de Turquie. (Azbar et al., 2008). Cependant (Hachicha et al., 2008), indiquent un taux relativement élevé 21,42% par rapport à nos margines et à ceux notées par la littérature

(Aissam, 2003). Cette différence notée peut être expliquée par le degré de maturation et la variété des olives. Cette dernière est rarement mentionnée dans la littérature. De plus, la méthode d'extraction de l'huile d'olive semble être un facteur influençant la teneur en MM des margines. (Aissam, 2003).

La teneur en matières grasses (MG) résiduelles présente dans les margines, dépend du système d'extraction d'huile d'olive. Le processus de centrifugation permet d'obtenir des taux faibles par rapport au processus traditionnel. Le tableau III.1 indique que la margine utilisée dans notre étude présente un aspect visqueux lié à la présence de la fraction huileuse qui représente (0,07g/l).

III.1.1.2. Grignon

Le tableau III.2 représente les valeurs des analyses physico-chimiques de grignon séché à l'air libre et à l'étuve.

Tableau III.2 : l'analyse physico-chimique de grignon séché à l'air libre et à l'étuve

Paramètre	Grignon Séché à l'air libre	Grignon Séché à l'étuve
Taux d'humidité (%)	5,364 ± 0,010 *	2,794 ± 0,678 *
Matière volatile (%)	78,122 ± 0,789 *	76,504 ± 0,081 *
Matière sèche (%)	94,637	97,072
Matière minérale (%)	2,514 ± 0,105 *	2,728 ± 0,075 *
Matière organique (%)	92,226	94,332
Carbone totale (%)	51,236	47,163
Teneur en eau (%)	8,083	3,59
Matière grasse g/l	20,53	20,53

(*) Les résultats sont des moyennes n=3

Nos résultats montrent que :

Le séchage du grignon d'olive à l'étuve a réduit la teneur en eau d'environ 5% par rapport au séchage à l'air libre le pourcentage d'humidité des grignons séchés à l'air libre est significativement élevé par rapport à celui des grignons d'olive séchés à l'étuve (**p<0,001).

La MS au niveau du lot séché à l'air libre est significativement diminué comparée à celle du lot séché à l'étuve 94% et 97% respectivement (**p<0,01).

Après l'épuisement à l'hexane par la méthode de Soxhlet, le dosage de la MG montre que le grignon utilisé dans cette expérimentation contient 20,53 % d'huile résiduel. Selon (Zaidi et al., 2008), l'épuisement du grignon s'accompagne d'une amélioration de la digestibilité de la MS, cette digestibilité de 39,24 % dans le grignon tamisé et épuisé à l'hexane est supérieure à celle de grignon tamisé non épuisé 22,55 %.

L'analyse statistique ne montre aucune différence significative de la MG entre les différents modes de séchage.

A la lumière de ces résultats, il apparaît clairement que notre substrat est composé principalement de MO avec un taux de 94%. Ce qui les rend des substrats de choix pour la digestion anaérobie ou méthanisation (Bensmail, 2013).

III.1.2. Dosage de la biomasse microbienne du substrat et co-substrat

La présente étude s'est consacrée au dénombrement de la charge microbienne des margines et le suc des fientes de poulets pour établir le lien entre la présence et l'absence des microorganismes dans le substrat et co-substrat. C'est aussi une mise en évidence de la biomasse microbienne et qui est une population microbienne complexe, composée en majorité, de bactéries anaérobies. Au cours de son métabolisme, la flore microbienne libère très peu d'énergie aboutissant à une très faible biomasse et transforme la majeure partie du carbone organique en gaz (CO_2 , CH_4).

La transformation de la MO en composés gazeux énergétiques appelé biogaz, fait appel à un ensemble de micro-organismes très dépendants les uns des autres qui assurent des activités complémentaires (Demuer, 1982).

♦ **Flore non méthanogène** : regroupe les micro-organismes aérobie et anaérobie facultatifs et se subdivise en deux groupes :

Bactéries hydrolytiques : transforment la MO complexe en composés plus simples. Parmi ces bactéries :

- Bactéries hémicellulolytiques (Bactéroïdestyminicola)
- Bactéries amylolytiques (Clostridium butircum)
- Bactéries protéolytiques (Clostridia)

Bactéries acidogènes : produisent des composés simples (alcools, acide gras volatile (AGV), H_2 , CO_2), utilisés comme substrats par les bactéries méthanogènes.

♦ **Flore méthanogène** : est constituée des micro-organismes anaérobies stricts, autotrophes. Leur action est conditionnée par l'action préalable des deux premiers groupes puisqu'elles sont stimulées par la présence de composés organiques tels que l'acétate ou la cystéine pour produire du méthane et du CO₂ par décarboxylation. Une partie du CO₂ produit peut être réduite pour produire 30 % du méthane final.

Tableau III.3 :Charge biologique du margine et suc

	Margine(UFC/ml)	Suc(UFC/ml)
levures et moisissures	17,2	7,2×10 ⁵
Staphylocoques	4,5	8,8×10 ⁵
Coliformes	6,3	18×10 ⁶
Flores totaux	5,4	5,4×10 ⁵

III.1.2.1. Détermination de la charge microbienne des margines

Les analyses microbiologiques des margines ont été portées sur les germes indicateurs de pollution tels que: Coliformes Totaux (CT), Flore Totale (FT) des Staphylocoques (SF), des levures et des champignons filamenteux.

D'après les résultats trouvés les échantillons de margines de la région du sud algérien (Ghardaïa) ont révélé que la charge microbienne totale FT est de l'ordre de 5,4 UFC/ml. Cependant cette charge microbienne totale reste relativement faible par rapport à d'autres effluents. Ceci peut être lié essentiellement au procédé d'extraction, des conditions opératoires adoptées de la région et également des conditions de stockage des margines et des caractéristiques physico-chimiques qui gênent la croissance des micro-organismes, notamment la présence des substances antimicrobiennes (pH, les composés phénoliques, les sels minéraux les métaux lourds, tanins, les acides gras...etc.).

Pour vérifier s'il y a une éventuelle contamination fécale par les germes fécaux, nous avons procédé à la recherche CT. Les résultats ont montré une charge de 6,3 UFC/ml. Des résultats similaires ont été obtenus par d'autres chercheurs (Millan et al., 2000 ; Aissam, 2003). Ainsi, une étude microbiologique qui a été effectuée par (Asehrou et al., 1993) sur des olives crues a montré la présence d'une flore très diversifiée. Les CT sont présents et leur concentration peut atteindre 2,8104 UFC/ml d'olive, cette flore pourrait provenir en grande partie du sol, des insectes volants tels que les coléoptères et les hyménoptères (Mundt., 1970) ou des mains des ouvriers lors de la récolte. Par conséquent, cette réduction ou l'absence

totale de ces germes dans les margines ne pourrait être expliquée que par une inhibition de leur croissance par les composés phénoliques et les pigments bruns ou catéchol-mélanique (Ranalli, 1991). Ces effluents agissent sur les bactéries en dénaturant les protéines cellulaires et en altérant les membranes (Ranalli, 1991) (Hamdi et Ellouz, 1993).

En ce qui concerne les levures et les moisissures, nous avons trouvés une valeur de 17,2 UFC/ml dans les margines d'olive, seuls quelques microorganismes arrivent à se développer. Ce sont essentiellement des levures et des moisissures.

Dans la plupart des cas, il y a absence de micro-organismes pathogènes et ils ne posent alors aucun problème du point de vue sanitaire (Zbakh et El-Abbassi, 2012; Ntougias et al., 2013). 130 espèces de micro-organismes lipolytiques (56 champignons, 22 levures et 52 bactéries) ont été rapportées dans les margines. Des bactéries cellulolytiques, des champignons pectinolytiques et des actinomycètes sont également rapportés (Ramos-Cormenzana, 1986). Plusieurs genres des levures sont isolés et identifiées dans les margines (Ciafardini et al., 2006).

Grâce à ces résultats obtenus, nous pouvons conclure que les margines étudiées ne présentent probablement pas de problème sanitaire et hygiénique et par conséquent, ne posent pas de danger sur les milieux récepteurs.

III.1.2.2. Détermination de la charge microbienne des fientes de poulets

Les caractéristiques des fientes dépendent tous premièrement de l'alimentation des poules (le régime alimentaire introduit), ainsi que de leur collecte (déjections fraîches ou stockées).

Nos résultats indiquent que les fientes contient des quantités abondantes de CT en moyenne de 18×10^6 UFC/ml, le nombre des CT dans le suc des fiente, enregistrée dans notre étude est comparable à celle notée dans d'autres travaux qui donnent des nombre compris entre $1,3 \times 10^6$ et 1.4×10^8 (Crane et al., 1983)

L'analyse des fientes a permis de mettre en évidence le genre Salmonella dans 28,5% et Campylobacter 77%. Les résultats de la FT, qui renseigne sur la charge bactérienne globale, est de l'ordre de $5,4 \times 10^5$ UFC/ml.

Les résultats de dénombrement des SF révèlent que la charge de ces derniers dans les fientes est nettement plus importante $8,8 \times 10^5$ UFC/ml. Ce sont les SF présumés pathogènes. Ils sont représentés par Staphylococcus aureus.

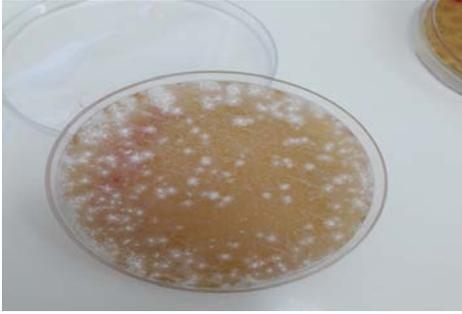
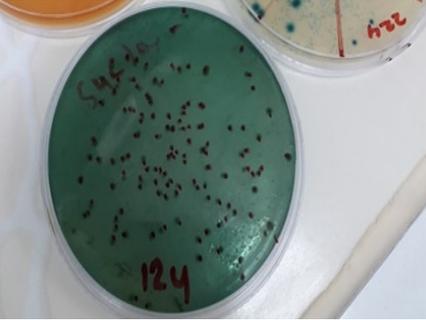
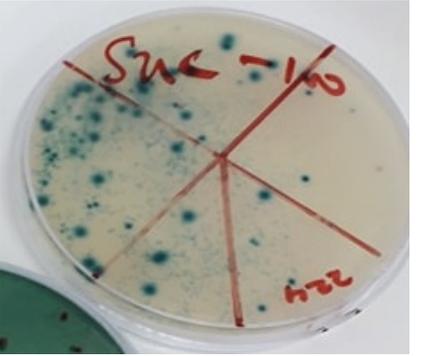
Leur présence dans le milieu peut s'expliquer par les conditions favorables de son développement : Les facteurs physiques température et le pH du milieu étudiés sont favorables pour le développement du SF dont : pH optimum de croissance est compris entre 8 et 9 et la température optimale de croissance est comprise entre 30 et 37 °C avec un maximum 45 à 47 °C et un minimum qui peut atteindre 6 à 7 °C. Ils sont ainsi «halotolérants » et peuvent tolérer des teneurs élevées en sels du sodium (Martin et Laffort, 1985).

Les moisissures sont des champignons microscopiques qui existent en nombre élevé sur la majorité des déchets, les genres les plus fréquemment rencontrés sont *Aspergillus*, *Penicillium* et *Mucor*. Les levures ont un métabolisme oxydatif fermentaire. (Bourgeois et al., 1996).

Suite aux analyses microbiologiques, il apparaît clairement que les déchets de volaille présentent un impact négatif sur l'environnement et la santé publique par leur charge microbiologique pathogène importante en utilisant la technique de la digestion anaérobie on peut valoriser ces déchets par la production de biogaz.

Le tableau III 4 représente les cultures bactériennes.

Tableau III.4 : Cultures bactériennes.

Germes	Margine	Suc
Levures et moisissures		
Staphylocoques		
Coliformes et E. coli		
Flore Totaux		

III.2. Co-méthanisation des co-produits liquides et solides

III.2.1. Préculture

L'inoculation consiste à introduire dans le réacteur une flore microbienne adaptée et efficace en termes de dégradation de la MO. L'idéal est d'utiliser un inoculum provenant d'une fermentation traitant le même type d'intrants et dans les mêmes conditions, en particulier la température (Moletta, 2015).

Dans notre travail on a adapté deux types de préculture :

- **Préculture in vivo:** L'essai, in vivo, de distribution exclusive de grignon d'olive dans la ration quotidienne des poules a permis d'améliorer l'efficacité de la flore microbienne, la biodégradation anaérobie in vivo des grignon révèle leur utilisation importante par le microbiote intestinale des poules ce qui a contribué au développement d'une flore microbiologique capable et adapter à la de dégradation de la MO du substrat.
- **Préculture in vitro :** Les précultures utilisés dans ces expérimentations sont à base de margine et le suc des fientes des poulets mis en fermentation de 72 à 96 heures et conservés pendant cinq semaines.

Le rapport substrat/inoculum (S/I) choisi résulte d'expérimentations préalables non présentées dans ce manuscrit permettant de cibler un ratio S/I pour étudier le potentiel méthanogène selon plusieurs critères. Pour une production de méthane après une phase de fermentation sur un temps de dégradation réduit (6 à 10 jours.)

Dans la pratique, il est possible d'utiliser un inoculum mésophile pour démarrer un digesteur anaérobie thermophile traitant des effluents liquides (Van Lier et al., 1992) ou des déchets solides (Griffin et al., 1998 ;Poggi-Varaldo et al., 1997).

➤ **Indice de réfraction de préculture**

L'indice de réfraction d'une solution est un indicateur de diffusion de lumière à différents angles. La diffusion de la lumière par une particule est proportionnelle au produit de sa concentration et de sa masse moléculaire. La concentration de l'échantillon peut être directement mesurée par son absorbance ou son indice de réfraction. Ainsi en mesurant la lumière diffusée par l'échantillon et connaissant sa concentration. La courbe ci-dessous représente l'indice de réfraction en °Brix à 25 °C de solution de préculture.

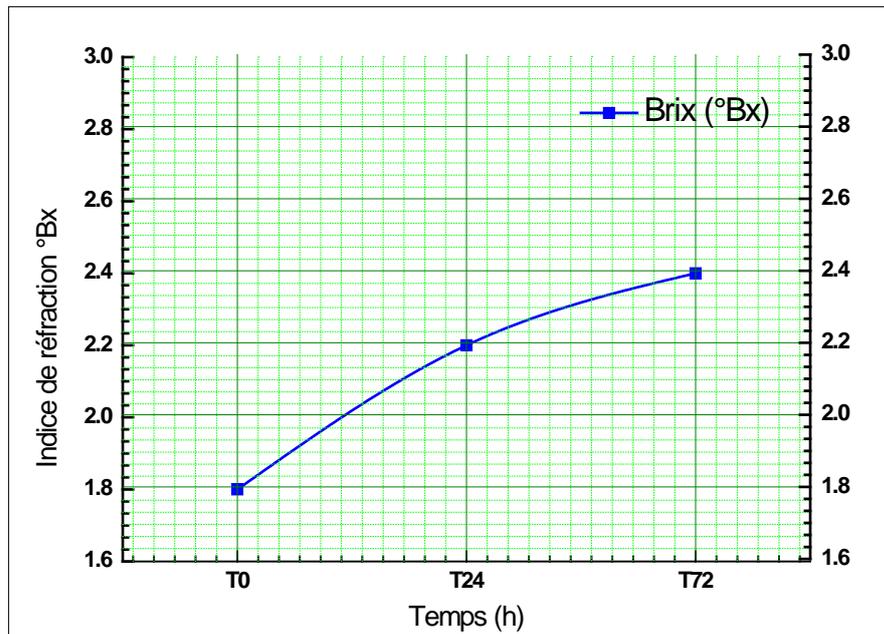


Figure III.1 : Évolution du Brix de préculture au cours de la fermentation

D'après ces résultats, l'augmentation du Brix dans la solution de préculture se traduit par l'augmentation de la quantité de carbone dans la solution et qui est un indicateur de la charge microbienne ce qui a été trouvé par (Chaussod, 1996). La croissance de la biomasse microbienne favorise soit l'activité de dégradation de la matière organique estimé par le dégagement de CO₂, soit des activités enzymatiques.

III.2.2. Analyses physico-chimiques du milieu réactionnel en entré et en sortie de la co-méthanisation

III.2.2.1. Fermentation en milieux liquide

a) Co-méthanisation de substrat : fiente de poulet/co-substrat margine stérilisée

Le tableau III.5 représente les variations des paramètres physico-chimiques du milieu réactionnel avant et après la fermentation en milieu liquide.

Tableau III.5 : Variation des paramètres physico-chimique du milieu réactionnel avant et après la fermentation en milieu liquide (margine stérilisée)

Paramètre	Avant	Après
Redox (mV)	175,7	-40,2
Conductivité ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	7682	7610
Conductivité absolue ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	6483	6343
Résistivité ($\text{k}\Omega/\text{cm}$)	0,2	0,2
TDS (mg/l)	3841	3805
Salinité (psu)	4,27	4,17
Température ($^{\circ}\text{C}$)	23,66	30,07
Pression atmosphérique (atm)	≈ 1	≈ 1

b) Co-méthanisation de substrat :Fiente de poulet/co-substrat margine non stérilisée

Le tableau III.6 représente la variation de paramètre physico-chimique avant et après la fermentation en milieu liquide .

Tableau III.6 : Variation de paramètre physico chimique avant et après la fermentation en milieu liquide (margine non stérilisée)

Paramètre	Avant	Après
Redox(mV)	-14,3	-90,7
Conductivité ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	8502	6284
Conductivité absolue ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	9641	6574
Résistivité ($\text{k}\Omega/\text{cm}$)	0,2	0,2
TDS (mg/l)	4251	3142
Salinité (psu)	4,68	3,41
Température ($^{\circ}\text{C}$)	30,45	30,45
Pression atmosphérique (atm)	≈ 1	≈ 1

Les valeurs d'analyses physico-chimiques du milieu réactionnel en entrée et en sortie de la co-méthanisation en milieu liquide pour la majorité des paramètres électrochimique étudiées ont connu une diminution vers la fin du processus tableau III, 6 et 7.

La conductivité électrique est probablement l'une des plus simples et des plus importantes pour le contrôle du milieu réactionnel. Elle traduit le degré de minéralisation globale, elle nous renseigne sur le taux de salinité, c'est une expression numérique de la capacité de l'eau à conduire un courant électrique mesurée en milli siemens par centimètre. Les résultats obtenus mettent en évidence une variation plus ou moins importante de la minéralisation exprimée en conductivité moyenne. Ces résultats pourraient être expliqués par la forte charge en MM du co-substrat (margine)

Comme tout micro-organisme, la population bactérienne qui constitue le consortium méthanogène exige des conditions particulières pour sa croissance. Les principaux facteurs physico-chimiques qui affectent le procédé de digestion anaérobie sont le pH, la température et le potentiel d'oxydoréduction.

Le potentiel redox (PR) est une mesure qui indique le degré auquel une substance peut oxyder ou réduire une autre substance. La mesure de cette activité électronique s'appelle le potentiel d'oxydoréduction ou le PR.

Nos résultats montrent un PR important avant la fermentation en milieu liquide 175,7 mV pour les MA sont riche en oxydant et relativement plus faible -14,3 mV pour le milieu qui contient la MN et qui est réduit après la fermentation jusqu'au -40,2 mV et -90,7 mV respectivement, une décroissance du PR indique que le milieu devient de moins en moins oxydant. Un redox proche du 0 ± 20 mV indique que l'oxygène dissous (DO) est faiblement présent voir absent. Cette consommation d'oxygène peut être directement reliée à l'activité biologique qui tend à consommer l'O₂ en présence de MO.

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, un PR inférieur -330 mV à -250 mV pour initier leur croissance. Les conditions initiales de PR reflètent des concentrations élevées en DO.

Une oxydation signifie qu'un ion ou une molécule perd des électrons. Une oxydation s'accompagne automatiquement d'une réduction ou gains d'électrons, si bien qu'on parle d'une réaction d'oxydoréduction réversible.

Généralement, le PR a une grande importance dans le déroulement chimique et biochimique (biologique) de la nature, de nombreux processus vitaux en dépendent (respiration). Des redox hauts se rencontrent par forte teneur en oxygène, alors que des redox bas sont le fait d'un manque d'oxygène entraînent le plus souvent un phénomène de réduction (situation anaérobie).

La réduction (manque d'oxygène) peut avoir pour cause un excès de nourriture et conduire à la transformation en ammonium et en nitrite.

c) Variation de pH et du DO du milieu réactionnel en entré et en sortie de la fermentation en milieux liquide

Les figures III.2, III.3, présentent la variation de pH et DO avant et après la fermentation du milieu liquide.

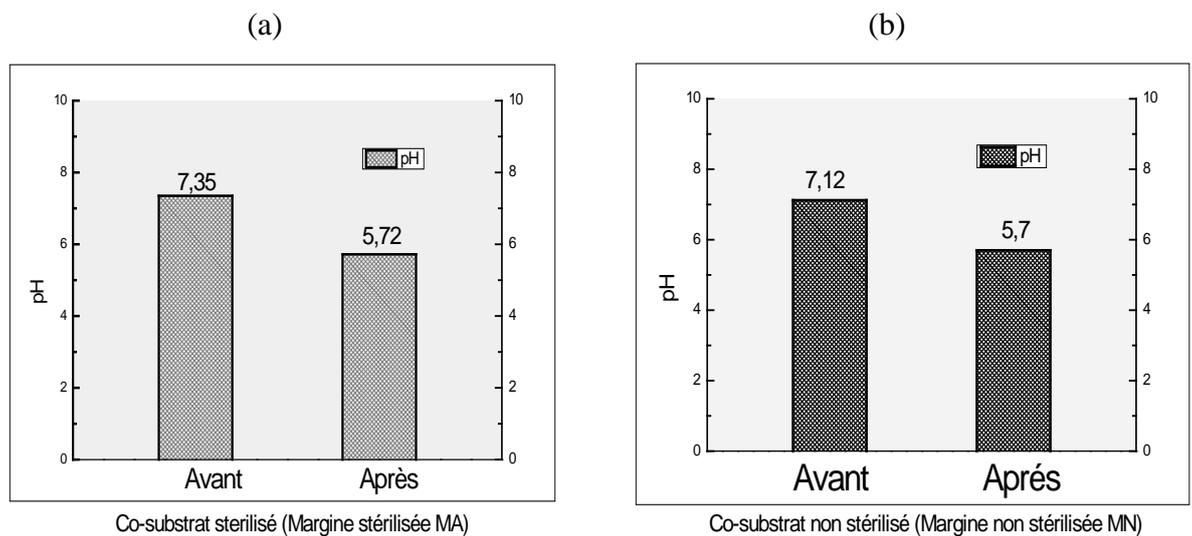


Figure III.2 : variation de pH avant et après la fermentation anaérobie en milieux liquide

La valeur optimale de pH pour un bon déroulement de la digestion anaérobie est au voisinage de la neutralité avec un pH entre 6,5 et 7,5 (Elreedy et al.,2016)

La figure III.2 montre que l'évolution des valeurs du pH pour la MA varié entre 7,35 (au premier jour) et 5,72 (à la fin de la fermentation). Pour l'autre MN figure III.2-b le pH variée 7,12 et 5,7 procèdent la même allure de variation de pH que celle du MA en figure III.2-a, ces observations ont été rapportées par (Sunyoto et al.,2017).

Chaque population bactérienne dispose un pH optimal. Celui les bactéries acétogènes se situe entre 5,5 et 6 ; Elles préfèrent un pH proche de la neutralité tandis que les méthanogènes

ont une activité maximale dans une gamme de pH comprise entre 6 et 8. Toutefois, la méthanisation peut se produire dans des milieux légèrement acides ou alcalins.

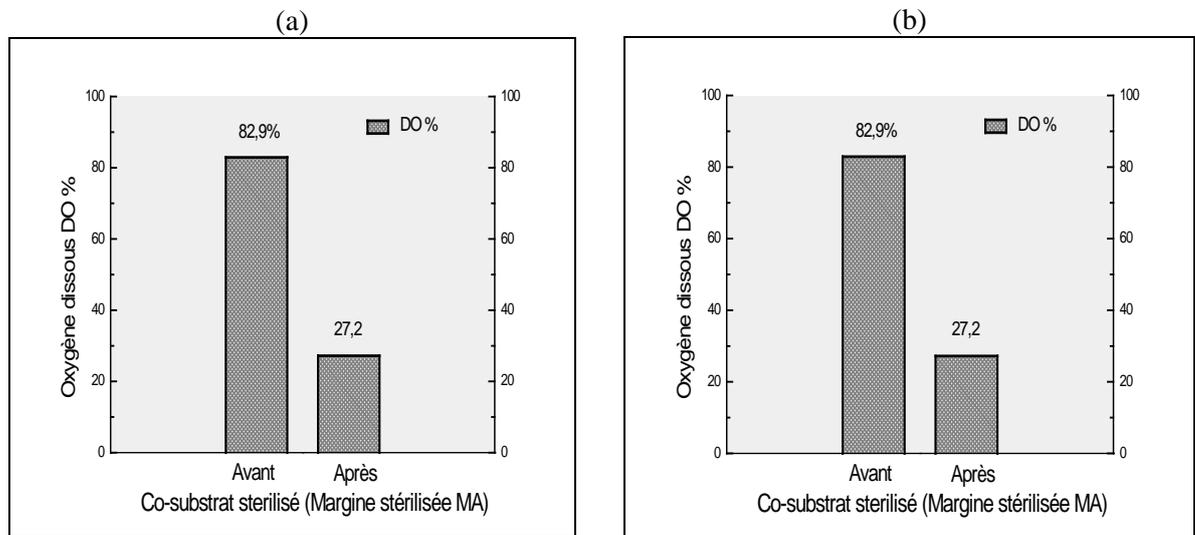


Figure III.3 : Variation de DO avant et après la fermentation anaérobie en milieux liquide

L'état d'oxygénation du milieu réactionnel de la fermentation des déchets liquide en présence de MA et MN montre que la teneur en DO est de 82,9 et 27,2 % avant et après la fermentation respectivement (figure.III.3-a) et de 53,88 et 47,9% avant et après la fermentation respectivement (figure.III.3-b).

La signification du paramètre de l'oxygénation dans un milieu est très claire puisque la présence de DO conditionne les réactions de dégradation -aérobie- de la MO et sa disparition complète s'accompagne généralement de l'apparition d' H_2S , provenant de la réduction des composés soufrés présents dans le milieu (Chennaouiet al.,2002).

III.2.2.2. Fermentation en milieux solide

a) Co-méthanisation de : substrat fiente de poulet /co-substrat : grignon stérilisée

Le tableau III.7 représente les variations de paramètre physico-chimique avant et après la fermentation en milieu solide .

Tableau III.7: Variation de paramètre physico-chimique avant et après la fermentation en milieu solide (grignon stérilisée)

Paramètre	Avant	Après
Redox (mV)	-157	-161,5
Conductivité ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	6539	5644
Conductivité absolue ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	6882	5860
Résistivité ($\text{k}\Omega/\text{cm}$)	0,2	0,2
TDS (mg/l)	3270	3822
Salinité (psu)	3,55	4,16
Température ($^{\circ}\text{C}$)	27,75	33,38
Pression atmosphérique (atm)	≈ 1	≈ 1

b) Co-méthanisation de substrat : fiente de poulet /co-substrat : grignon non stérilisée

Le tableau III.8 représente les variations de paramètre physico-chimique avant et après la fermentation en milieu solide.

Tableau III.8: Variation de paramètre physico-chimique avant et après la fermentation en milieu liquide (grignon non stérilisée)

Paramètre	Avant	Après
Redox (mV)	-33,10	-66,20
Conductivité ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	810	158
Conductivité absolue ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	725	182
Résistivité ($\text{k}\Omega/\text{cm}$)	0,2	0,2
TDS (mg/l)	405	79
Salinité (psu)	0,40	0,07
Température ($^{\circ}\text{C}$)	19,46	32,7
Pression atmosphérique (atm)	≈ 1	≈ 1

L'analyse électrochimique du milieu réactionnel avant et après la digestion anaérobie en milieu solide montre une diminution à la fin de la fermentation tableau III 7 et 8.

Nos résultats montrent que notre système de fermentation en milieu solide a pu réduire le taux du PR de -157 mV jusqu'à -161 mV pour le cas du grignon stérilisé (GA) et de -33,10 mV jusqu'à -66,20 pour le cas du grignon non stérilisé (GS).

Le redox permet de suivre le degré d'oxydation du milieu réactionnel. Une chute rapide du redox montre une consommation en O₂ intense par la biomasse microbienne ainsi que la présence de matière biodégradable suffisante (le système est efficient...). A l'inverse une diminution lente du redox est symptomatique d'un défaut de MO biodégradable, de biomasse ou d'un inhibiteur de son action (élément toxique).

Si le redox continu à descendre, il est possible de rencontrer un milieu anaérobie (absence DO ou lié à d'autres éléments (NO₃, PO₄...). Des micro-organismes avec des métabolismes capables de fonctionner sans oxygènes prennent le relais. Le meilleur exemple de procédé biologique fonctionnant dans ces conditions est celui de la méthanisation (ou digestion anaérobie...).

L'une des forces du redox est de suivre le PR même lorsque le DO est absent (condition d'anoxie). L'O₂ est un élément très intéressant car il est l'un des meilleurs accepteurs d'électrons dont dispose le vivant.

c) Variation de pH et du DO du milieu réactionnel en entrée et en sortie de la Fermentation en milieux solide

Les figures III.4, III.5, présentent la variation de pH et DO avant et après la fermentation du milieu solide.

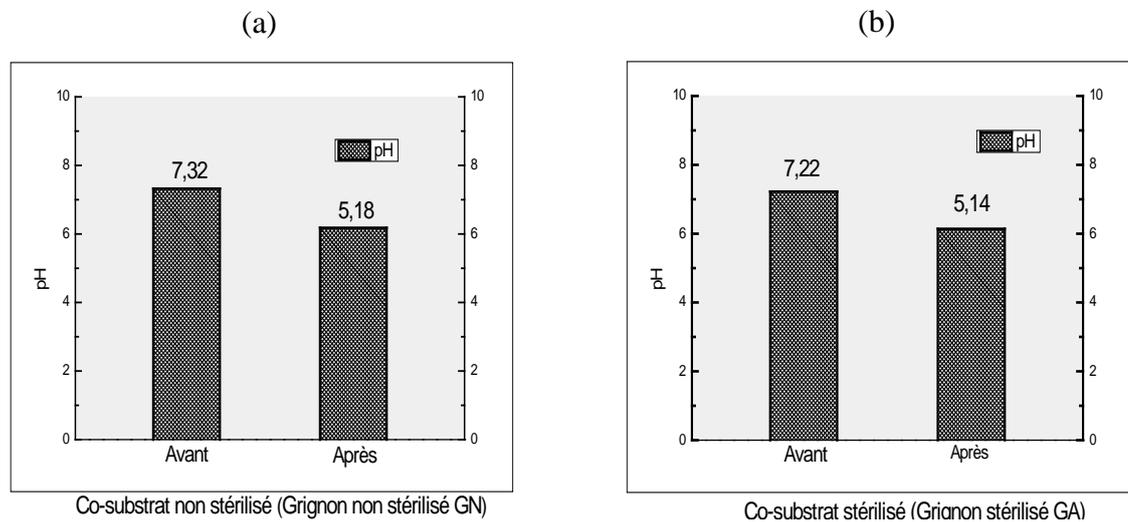


Figure III.4 : Variation de pH avant et après la Fermentation anaérobie en milieux solide

Les variations du pH suite à la méthanisation dépendent du pH avant la digestion et qui est à l'ordre de 7,22 et 7,32 qui tendent vers 5,14 et 5,18 après la digestion pour le milieu à base de GA et GN respectivement (figure.III.4)

D'une manière globale, la valeur du pH dans les quatre expériences varie très peu entre le début et la fin du processus. Ce pendant celui-ci aura subi des variations au cours des différentes étapes de la méthanisation :

- Il diminue durant l'acidogénèse au cours laquelle il y a accumulation AGV (Djaâfri et al., 2009).
- Ensuite, il augmente durant l'acétogénèse au cours de laquelle il y'a épuisement des AGV consommés par les bactéries acétogènes;
- Durant la phase méthanogène, le pH continue à augmenter, ce qui favorise le développement des bactéries méthanogènes (Djaâfri et al., 2014).

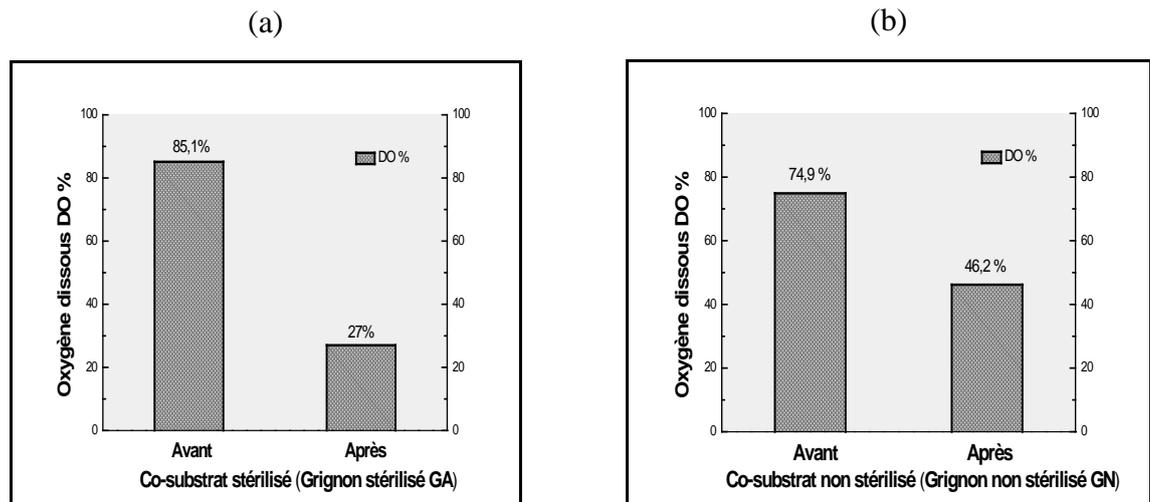


Figure III.5 : Variation de DO avant et après la Fermentation anaérobie en milieu solide.

Le taux de DO dans le milieu réactionnel de la fermentation en milieu solide en présence de GA et GS est de 85,1% et 74,9% avant fermentation respectivement. A la fin de la digestion anaérobie, le taux diminue jusqu'à 27% et 46,2% pour GA et GS respectivement (figure.III.5).

La teneur en DO dans le milieu dépend de la concentration de la biomasse. Le processus de fermentation passe alors de l'aérobie à l'anaérobie.

L'activité du consortium méthanogène est étroitement liée à la température. Pour un bon fonctionnement des différentes étapes de la méthanisation, il faut maintenir des conditions physico-chimiques dans des plages de valeur favorables pour les micro-organismes, notamment la température de fonctionnement et des seuils de pH.

Une seule gamme de température a été utilisée pour ce procédé : mésophile entre 37 et 40 °C. C'est la gamme de température, classiquement utilisée dans les procédés, qui correspond à la température optimale pour la croissance de la majorité des microorganismes, permettant un meilleur rendement que la méthanisation psychrophile et une moins forte instabilité que la méthanisation thermophile.

III.3. Production de biogaz

III.3.1. Fermentation en milieu liquide

La figure III.6 représente la production cumulée du biogaz lors de la co-digestion anaérobie en milieu liquide, le substrat : fiente de poulet et le co-substrat : MA et MN en fonction de temps. Nous observons que ces courbes ont presque une même allure. Nous avons au départ une Phase exponentielle: il y a une augmentation rapide du volume de gaz produit dans les dix premières heures une Phase de plateau : ou il y a une faible augmentation du volume produit après 72 heures de fermentation en fin cette phase stationnaire correspond à la stabilité de la production du biogaz.

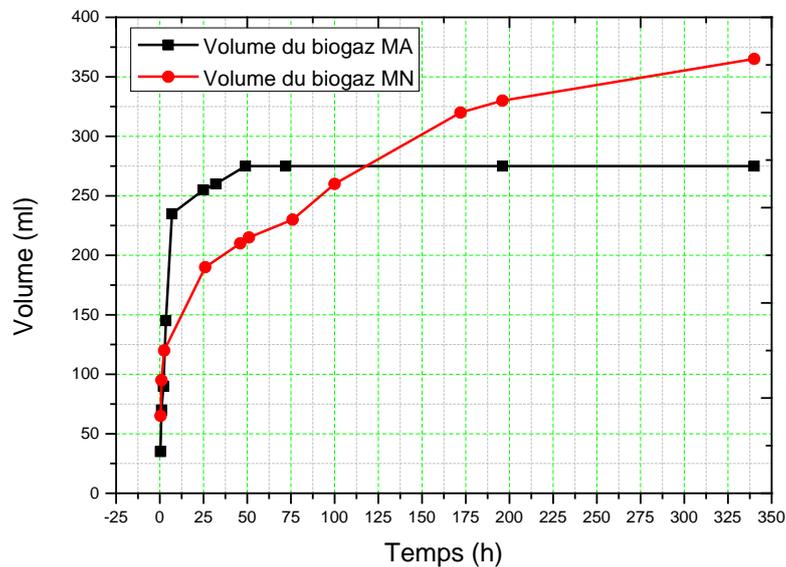


Figure III.6: Evolution de la production de biogaz cumulé de la co-méthanisation de fiente de poulets, et du MA et MN en fonction du temps

On remarque que la majorité du volume de biogaz est produite durant les vingt-quatre premières heures. Cette production importante et rapide peut être expliquée par l'introduction d'un inoculum provenant d'une fermentation traitant le même type de substrat.

L'ajout de l'inoculum améliore la production de biogaz et la teneur en CH_4 de celui-ci, en même temps qu'il réduit le temps de rétention (Kotsyurbenko et al., 1993 ;Yadvika et al., 2004).

L'agitation du contenu du digesteur anaérobie est généralement utile à favoriser le contact entre le substrat et les micro-organismes et par ricochet à renforcer l'activité méthanogène.

Après 48 h de fermentation de MA, nous enregistrons une stabilisation de production du biogaz et après 196 h, on remarque une diminution de cinétique de production pour le MN, cela est éventuellement expliqué par l'épuisement de la MO dans le milieu, étant donné que le mode de digestion adopté est en batch. Ces résultats se ressemblent à celles obtenus par (Boutouta, 2012 ; Gourdon, 2012). La digestion s'arrête à un volume maximal de 275 ml pour MA et de 365 ml pour MN. Cette différence de production est due à la stérilisation du co-substrat MA qui a diminué la charge microbienne dans le milieu réactionnel (destruction des microorganismes par autoclavage) par conséquent l'efficacité de la fermentation à diminuer par rapport à la co-méthanisation en présence de MN.

Selon (Shofield et al., 2001; Makkar., 2005 ; Salem et al., 2006), la cinétique de la production du biogaz par la margine, elle a révélé que 63% et 66% de biogaz ont été produits pendant les premières 24 heures de la fermentation. Les margines sont riches en sucres totaux, en phénols et en germes. Ainsi, il semblerait que ces composés sont rapidement fermentés, ce qui a engendré une production importante de gaz dans les premières heures de fermentation en milieu liquide. Par ailleurs, cette production de gaz a été ralentie suite à la solubilisation des composés.

L'utilisation de la fiente de poulet dans notre étude à améliorer le rendement par rapport à l'utilisation de la margine seule.

III.3.2. Fermentation en milieu solide :

La deuxième expérimentation a concerné la co-méthanisation des déchets solides de l'industrie oléicole ; Le GA et le GN associés aux fientes de poulets. La figure III.7 représente la production cumulée du biogaz de la co-digestion de co-produits solides : GA et GN en fonction de temps.

Nous remarquons que ces courbes ont presque une même allure, Nous avons au départ une forte progression de la production, suivi une accélération finir une stabilisation ou un ralentissement. D'après la cinétique de biogaz montrée sur la figure III.7, on constate que la production du biogaz cumulé a atteint le maximum de 395 ml et 360 ml pour GN et GA respectivement, la différence de volume entre ces deux co-produits solides est due à la

destruction des microorganismes qui favorisent la fermentation solide. Une amélioration de la production en biogaz a été obtenue avec les deux séries d'expérimentations précédentes. En effets, les rendements de 71% et 89 % pour GA et GN respectivement est relativement plus élevé par rapport à celui obtenue dans la littérature.

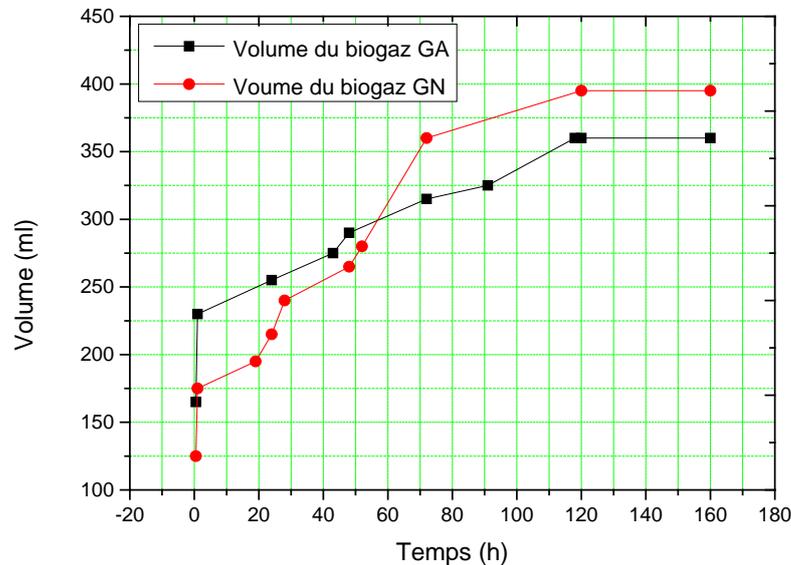


Figure III.7 : Evolution de la production de biogaz cumule de la co-méthanisation de fiente de poulets, et du GA et GS en fonction du temps

Les caractéristiques des substrats (solide) entrants, la température et le mode d'agitation adopté durant la fermentation ainsi que la qualité et le ratio (I/S), pourraient être l'explication de l'amélioration de volume du biogaz accueilli.

Ces résultats correspondent à ceux obtenus par (B Rashed,2014) dans ses travaux sur la production du biogaz à partir du grignon d'olive. Ceux-ci montre que le mélange des grignons d'olive et les fientes volailles augmentent la production du biogaz, cela pourrait être attribué à la quantité élevée de matières lignocellulosiques et de lignine dans les grignons d'olive peu digestibles (El Bashiti,2010) et peut aussi être à cause des déjections de la volaille beaucoup plus aqueuses que les grignons d'olive (Usman et al.,2012),une augmentation de la teneur en eau augmente la surface d'action microbienne.

III.3.3. Potentiel de production du biogaz estimé à partir des déchets oléicoles

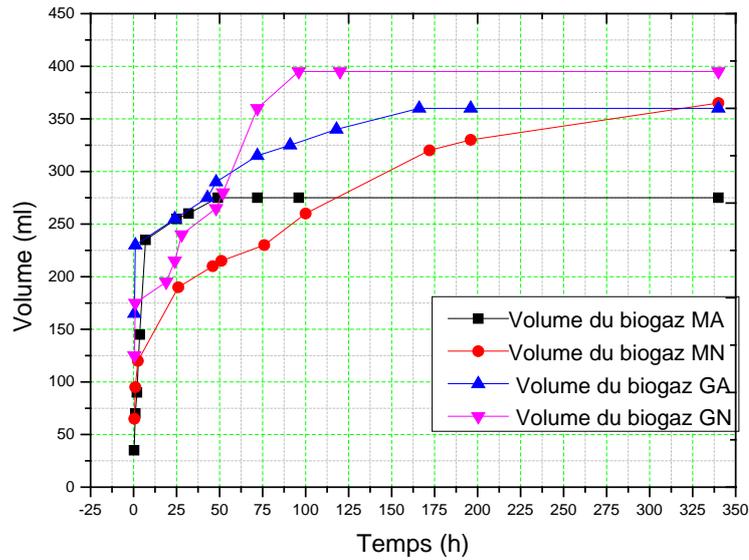


Figure III.8 : Volume cumulé du biogaz produit par la Co-méthanisation des co-produits solides et liquides en fonction du temps

Tableau III.9 : Les rendements et les volumes du biogaz produit

	Le rendement de production en fonction de temps(%)*	Volume de biogaz produit par un litre de substrat utilisée (ml)
MA	30	550
MN	40	730
GA	71	720
GN	89	790

$$(*)\text{Rendement (\%)} = \frac{V_{\max} - V_{\min}}{t_{\max} - t_{\min}} \text{ appliquée dans le graphe}$$

La figure III.8 démontre bien que parmi les quatre composants du mélange, le co-produit solide non stérilisé grignon GN possède le meilleur potentiel méthanogène.

A la lumière de ces résultats et d'autres présenter dans le tableau III.9 qui indique le rendement et le volume total du biogaz produit dans un litre de substrat utilisé durant la co-méthanisation. On constate que Le meilleur potentiel biogaz a été enregistrés pour le mélange de grignon GN disposant une valeur de volume de biogaz de 790 ml de l'ordre de 80% parmi les 04 mélanges proposés. Par contre, les autres mélanges MN, GA, MA présentent des volumes compris entre 730 ml, 720 ml et 550 ml pour un équivalent de rendement a l'ordre

de 40% ; 71% ; 30% respectivement ces résultats s'avère optimale pour la méthanisation des mélanges de co-produits solides et liquides.

Nous avons remarqué également que la cinétique de la fermentation des mélanges GN et MN s'est déclenché en retard et ceci est dû à La charge microbienne du milieu ce qui résulte l'accumulation des AGV dans ce dernier et qui nécessite un plus grand temps de séjours.

La quantité de matière facilement biodégradable module directement la production d'AGV dans le milieu. la dégradation des AGV est influencée par les souches microbiennes présentes dans le milieu ayant différentes capacités de dégradation des AGV (Yamaguchi et al., 1989). De plus, la structure des communautés des archées est corrélée avec la concentration en AGV.

Nous pouvons conclure que les déchets organiques contenant une composition variées : les composés majeurs sont les saccharides (qui sont divisées en deux fractions, facilement et lentement dégradables), les lipides (facilement dégradables), les protéines (facilement dégradables), les AGV (facilement dégradables), ainsi que d'autres composés ; peuvent produire une énergie renouvelable propre et verte (Alaswad et al,2016)

La plupart des déchets organiques contiennent une fraction élevée du substrat facilement dégradable, qui donne un rendement élevé de méthane et de production d'AGV. Cette part de déchet peut être utilisée à des fins énergétiques par la production du biogaz. La digestion anaérobie est une très bonne alternative de traitement et de valorisation des déchets riches en matières organiques.

III.4. Teste d'inflammabilité :

Co-méthanisation de co-produit solide : grignon GN est considérée comme une expérience d'orientation et de confirmation. Le biogaz ainsi produit ne peut être soumis à un test d'analyse de sa composition car on ne dispose pas d'une CPG (chromatographie phase gazeuses). Pour cette raison nous nous sommes contentées de faire un teste d'inflammabilité.

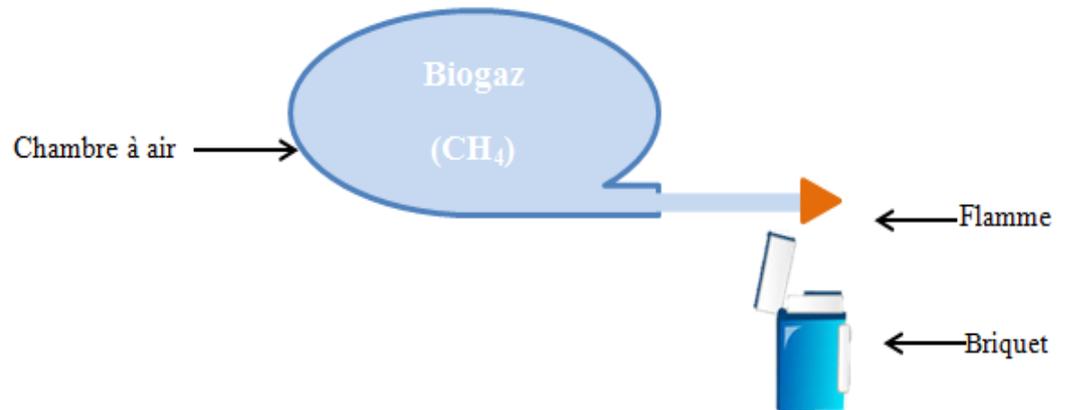


Figure III.9 : Teste d'inflammabilité

➤ Discussion générale

La performance des procédés est liée étroitement avec les paramètres physico-chimiques du milieu (température, capacité tampon). Des paramètres supplémentaires doivent être pris en compte dans la mise en œuvre de la digestion anaérobie en voie sèche et humide tels que le contenu en particule solides, l'inoculum utilisé et la teneur en eau influençant directement ces performances.

La température joue un rôle clé dans la digestion anaérobie. Trois gammes de température définissent trois modes de conduite du procédé : psychrophile ($< 20\text{ °C}$), mésophile (entre 30 °C et 40 °C), thermophile (entre 50 et 60 °C) (Yadvika et al., 2004).

L'effet bénéfique de l'augmentation de la température a toutefois des limites. Un essai réalisé avec plusieurs digesteurs CSTR (Continuous Stirred Tank Reactor) testant une augmentation de température de 50 °C à 60 °C sur du fumier, a démontré une meilleure production de méthane à 50 °C . Ce phénomène peut être expliqué par une forte formation d'ammoniac induisant une inhibition du procédé (El Mashad et al., 2004).

Le pH est le deuxième paramètre clé influençant le développement des microorganismes et les réactions métaboliques. Comme décrit précédemment, les bactéries les plus sensibles aux variations de pH sont les acétogènes et les méthanogènes. Le pH affecte également l'activité enzymatique (Amani et al., 2010).

Le pH varie au cours du procédé de la digestion anaérobie par les produits des différentes réactions notamment le carbone et les acides gras modifiant les pH optimaux des étapes de la digestion anaérobie soit un pH optimal pour l'acidogène compris entre 5,5 et 6,5 et un pH optimal pour la méthanogènes compris entre 7 et 8 (Yadvika et al., 2004 ; Ward et al., 2008 ; Khalid et al., 2011).

La teneur en eau affecte directement la production de méthane à partir de déchets solides via les réactions métaboliques et le transport des nutriments et des microorganismes. La diffusion des composés dans le milieu est facilitée par la présence d'eau (Pommier et al., 2007 ; Ge et al., 2016).

L'inoculum est un élément essentiel pour produire un biogaz de qualité et en quantité particulièrement en méthanisation en voie sèche. Le terme inoculum définit un liquide qui est chargé en nutriments, en capacité tampon, en eau et en microorganismes pouvant réaliser la digestion anaérobie. Les différentes sources d'inoculum sont variables et peuvent

correspondre à des digestats liquides ou solides, à des boues de stations d'épuration, des fumiers, des lisiers, d'un liquide issu d'un précédent cycle de digestion anaérobie. L'origine de l'inoculum influe sur les quantités et les espèces microbiennes présentes (Raposo et al., 2011 ; Li et al., 2011 ; Ma et al., 2013 ; Xu et al., 2013 ; Ge et al., 2016). Différents ratios S/I testés ont mis en évidence également une influence de la quantité d'inoculum utilisé (Xu et al., 2013).

Le contenu en particules solides et le pourcentage de matière sèche ont un rôle prépondérant sur les cinétiques de production de méthane.

Deux voies de la méthanisation agricole permettent de traiter plusieurs substrats de natures différentes, la voie liquide traitant majoritairement des lisiers et la voie sèche ayant pour substrat principal les fumiers (Rugani et Levasseur, 2015).

La digestion anaérobie des effluents d'élevage s'effectue la plupart du temps en présence de co-substrats. Le potentiel méthanogène d'effluents d'élevage seul est en général faible (Degueurce et al., 2016).

➤ Conclusion

Cette étude a tout d'abord établi les conditions optimales de détermination des productions ultimes en méthane.

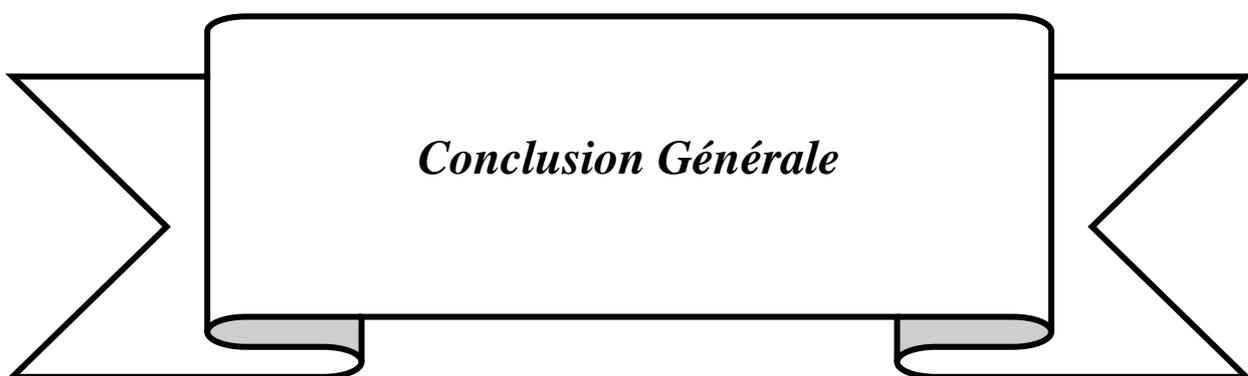
Le rôle de l'inoculum et le degré de spécialisation des micro-organismes vis-à-vis les substrats utilisés ainsi que la capacité d'adaptation des communautés microbiennes à un régime étudié semble indispensable pour intensifier le processus de la digestion anaérobie qui a amélioré la production ainsi que le taux du biogaz.

Le choix adapté de type de fermentation en rapport avec la nature de déchet (solide et liquide) est nécessaire pour atteindre les productions maximales en méthane pour les tous les substrats étudiés.

Le choix d'une température de digestion de $40^{\circ}\text{C} \pm 2$ permet d'améliorer les cinétiques bactériennes tout en privilégiant le métabolisme des microflore actives dans la charge organique.

Ce travail a permis non seulement de comparer le type de fermentation par rapport le taux d'humidité du milieu réactionnel (liquide ou solide) mais aussi de caractériser les communautés émanant dans le milieu de fermentation en comparant la production du biogaz de chaque mono substrat par stérilisation.

Le choix du pH optimal et l'agitation continu a une influence significative sur les performances de la digestion anaérobie et la production de biogaz.



Conclusion Générale

Conclusion générale

Le procédé de co-méthanisation permet de produire de l'énergie renouvelable tout en mobilisant des déchets organiques issus de différentes exploitations.

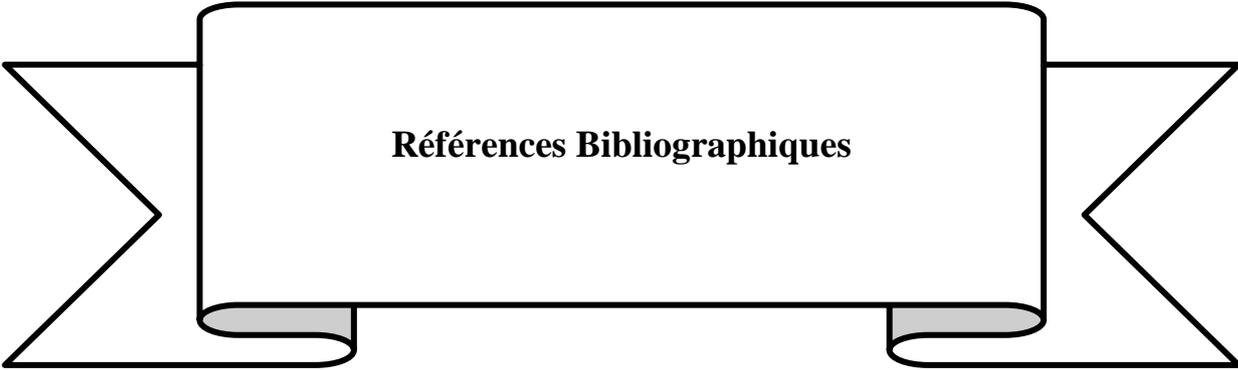
L'objectif de ce travail est de déterminer les conditions optimales pour la production de biogaz par une co-digestion anaérobique d'une fraction organique agricole résiduaire (fientes de poulets) avec des sous-produits oléicoles grignon d'olives et margine, respectivement, en milieu solide et en milieu liquide.

Pour cela nous avons conçu un digesteur discontinu d'une capacité de 05 litre, maintenu à une température de $40^{\circ}\text{C} \pm 2$ mésophile, sous agitation continu, pour étudier les paramètres de fonctionnement et améliorer la production du biogaz.

Les résultats obtenus dans cette étude nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- ✓ D'après l'analyse physico-chimique des sous-produits oléicoles, on a constaté que le pourcentage de MO est élevé et présente une moyenne de 90 %, ce qui nous a encouragés plus à adopter ce déchet comme substrat de digestion.
- ✓ Ainsi, l'élevage quasi exclusif des poules par le grignon d'olives a permis l'adaptation de son microbiote intestinal au substrat oléicole ce qui a réduit considérablement le temps de fermentation
- ✓ La réalisation des précultures à base de fiente de poulet et margine stérilisée a contribué à la l'élimination de la phase de latence de nos expériences, ce qui démontre que l'accélération du processus de la fermentation, nécessite l'adaptation d'une culture microbienne active avec les différents substrats.
- ✓ Le rapport substrat/ inoculum utilisé dans notre travail, pourraient être l'explication de l'accélération du processus de méthanisation.
- ✓ Le meilleur potentiel méthanogène a été enregistré pour le mélange de GN possédant un volume de biogaz de 395 ml équivalent à un rendement de 80% parmi les quatre mélanges proposés. Par contre, les autres mélanges MN, GA, MA présentent des volumes de l'ordre de 365 ml, 360ml et 275 ml avec des rendements équivalents à 40% ; 71%, 30% respectivement.
- ✓ La co-digestion anaérobie en milieu solide (fiente+grignon) favorise d'avantage la production de biogaz que la co-digestion en milieu liquide (fiente+margine).

En conclusion l'ajout des fientes des poulets au résidu oléicoles a réduit le temps de la digestion anaérobie et a donné une production en biogaz nettement supérieur.



Références Bibliographiques

- ADEME, Atlas des déchets en France, 2ème édition, paris, 2000.
- Aissam H. Etude de la biodégradation des effluents des huileries (margines) et leur valorisation par production de l'enzyme tannase. Thèse de doctorat, Faculté des sciences Dhar El Mehraz, Université de Sidi Mohamed Ben Abdellah, Fes, Maroc, 2003.
- Alaswad A., Baroutaji A., Achour H., Carton J., Al Makky A., Olabi A G. Developments in fuel cell technologies in the transport sector. *International Journal of Hydrogen Energy* , 2016, vol. 41, p 16499–16508.
- Amani T., Nosrati M., Sreekrishnan T.R., Anaerobic digestion from the viewpoint of microbiological, chemical and operational aspects - a review. *Environmental Reviews* 2010, vol. 18, p 255-278.
- Amhoud S., Apports de la géologie et de l'hydrogéologie à l'étude de l'impact de la décharge d'oued Akrech sur les ressources en eau, Thèse de doctorat de l'université de Mohamed V, Rabat, Maroc, 1997.
- Amic A et Dalmasso C., Unité de valorisation complète de déchets oléicoles par lombricompostage : Production de produits à haute valeur ajoutée : lombricompost, savon, collagène et lombrics. Thèse de doctorat de l'université Aix-Marseille France, 2013.
- Andreoni V., Anaerobic Digestion of Swine Slurry and agro-industrial Wastes in fixed bed up - flow digesters, in *Proceeding Symposium NICE*, 4-6 April 1989.
- Asehraou A., Faid M., Akhartouf R., Pure culture fermentation of green olives by lactobacilli strains. *Microbiologie-Aliments-Nutrition*, 1993, vol. 11, p 221-228.
- Aubert G., Méthodes d'analyses des sols, Editions CRDP, Marseille, 1978.
- Azbar N., Keskin T., Yuruyen A. Enhancement of biogas production from olive mill effluent (OME) by co-digestion., *Biomass and bioenergy*, 2008, vol. 32, p 1195–1201.
- Ben Rashed M., The effect of temperature on the biogas production from olive pomace, *University Bulletin*, 2014, vol. 3, p. 135-148.
- Bensmail L., Contribution à la production du biométhane à partir des déchets ménagers de la ville de Béchar. Thèse de doctorat de l'Université de Béchar, Algérie, 2013.
- Bourgeois C M., Mescle J F., Zucca J., *Microbiologie alimentaire de la sécurité et de la qualité des aliments*, Tome I, Editions Lavoisier, Paris, 1996.
- Boutouta I., Valorisation Energétique des Déchets Solides Urbains de la Ville de Blida, Mémoire de Master, Université de Blida, 2012.

- Cabello L., Fiestas Ros de Ursinos J A., Différentes utilisations des margines. Séminaire international sur la valorisation des sous-produits de l'olivier. FAO, Tunis. Tunisie, 1981.
- Camillieri C., Start-up of fixed-film stationary bed anaerobic reactors. 5th International Symposium on Anaerobic Digestion, Fifth International Symposium on Anaerobic Digestion, Bologna, Italy, 22-26 May, 1988.
- CAR/PP., Centre d'Activités Régionales Pour la Production Propre, Prévention de la pollution d'huile d'olive, Plan d'action pour la méditerranée, Espagne, 2000, p. 140.
- Chaussod R., La qualité biologique des sols : évaluation et implications, Etude et gestion des sols, Etude et Gestion des Sols, 1996, p 261-278
- Chennaoui M., Assobhei O. Mountadar M. Biostabilisation des eaux usées d'abattoir de la ville d'El Jadida (Maroc). *Biotechnology and Molecular Biology Reviews*, 2002, Vol. 2, p 44-48.
- Cheremisinoff N., *Handbook of solid waste management and waste minimization technologies*. Elsevier Science, 1er Edition, New York, 2003, p 477.
- Ciafardini G., Zullo B. A., Iride A., Lipase production by yeasts from extra virgin olive oil, *Food Microbiology*, 2006, vol. 23, p60-67.
- Crane S.R, Moore, J.A, Grismer, M.E., Miner, J.R. Bacterial pollution from agricultural sources: a review. *Transactions - American Society of Agricultural Engineers*, 1983, vol.26, p 858-866
- Darvishi F., *Olive Oil - Constituents, Quality, Health Properties and Bioconversions*, Edited by Dimitrios Boskou, 2012, p 310-330.
- De Baere L., Will anaerobic digestion of solid waste survive in the future?, *Water Science and Technology*, 2006, vol. 53, p187-194.
- Degueurce A., Tomas N., Le Roux S., Martinez J., Peu P., Biotic and abiotic roles of leachate recirculation in batch mode solid-state anaerobic digestion of cattle manure., *Bioresource Technology*, 2016, vol. 200, p 388-395.
- Demuer A ., *Conversion Bioénergétique*, Edition Lavoisier, Paris. 1982, p 311.
- Djaafri M., Kalloum S., Khelafi M., Tahri A., Salem F., Kaïdi K., Barako O., Kadri A., Bensmail L., Amahrouch A., Amélioration de la Digestion Anaérobie des Déchets Ménagers (Déchets de Restaurant) en Utilisant un Prétraitement Physique, *Revue des Energies Renouvelables*, 2014, vol.14, p 93 – 98 .

- Djaâfri M., Khelifi M., Kalloum S., Tahri A., Kaidi L., Touzi A., Effet de l'Ensemencement sur la Digestion Anaérobie des Déchets Ménagers de la Ville d'Adrar. *Revue des Energies Renouvelables*, 2009, Vol. 12, p 369 – 374.
- El Bashiti T.A.I., Biogas production by co-digestion of animal manure and olive oil wastes, *Journal of Al Azhar University - Gaza*, 2010, vol.12 , p 27-30
- El Mashad H. M., Zeeman W. K .P., Van Loon G., Bot G P. A., Lettinga G ., Effect of temperature and temperature fluctuation on thermophilic and anaerobic digestion of cattle manure. *Bioresource Technology*, 2004, vol. 95, p 191-201.
- Elreedy A., Fujii M., Tawfik A., Factors affecting on hythane biogeneration via anaerobic digestion of mono-ethylene glycol contaminated wastewater: Inoculum-to-substrate ratio, nitrogen-to-phosphorus ratio and pH, *Bioresource Technology*, 2016, vol. 223, p 10–17.
- FAO, Food and Agriculture Organization of the United Nations, Impact environnemental et valeurs limites spécifiques de rejets des huileries HTE N° 157-158 SEP/DEC, 2013, p 55-65.
- Filidei S., Masciandaro G., Ceccanti B., Anaerobic digestion of olive oil mill effluents: evaluation of wastewater organic load and phytotoxicity reduction. *Water, Air and Soil Pollution*, 2003, vol. 145, p 79–94.
- Fiorentino A., Gentili A., M. Isidori M., Monaco P., Nardelli A., Panella A., Fabio T., Environmental effects caused by olive mill waste waters: Toxicity comparison of low-molecular-weight phenol compounds, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2003, vol. 51, p 1005-1009.
- Gautier P., Prevel M., Gagnard, J., L'analyse végétale dans le contrôle de l'alimentation des plantes tempérées et tropicales. Edition TEC et DOC, Lavoisier, 1984, p 810.
- Ge X., Xu F., Li Y., Solid-state anaerobic digestion of lignocellulosic biomass: Recent progress and perspectives, *Bioresource Technology*, 2016, vol. 205, p 239-249.
- Ghattas D., Valorisation des margines par digestion anaérobie, Mémoire de Diplôme d'Etudes Approfondies, Université Libanaise, 2004, p 39.
- Gourdon R., Traitement Biologique des Déchets, Techniques de l'Ingénieur, Expertise Technique et Scientifique de Référence, G2060, 2012.
- Griffin M.E., McMahon K.D., Mackie R.I., Raskin L., Methanogenic population dynamics during start-up of anaerobic digesters treating municipal solid waste and biosolids, *Biotechnology and Bioengineering*, 1998, vol. 57, p 342–355.

- Hachicha S., Sallemi F., Medhioub K., Hachicha R., Ammar E., Quality assessment of composts prepared with olive mill wastewater and agricultural wastes, *Waste Management*, 2008, vol. 28 , p 2593–2603.
- Hadjou L., Lamani O., Cheriet F., Labellisation des huiles d’olive algériennes : contraintes et opportunités du processus ?, *New Medit.*, 2013, Vol. 12, p 35-46.
- Hamdi M ., Ellouz P. Treatment of detoxified olive mill wastewater’s by anaerobic filter and aerobic fluized bed processes, *Environmental Technology*, 1993, vol. 14, p 183-188.
- Hamdi M., Anaerobic Digestion of Olive Mill Wastewaters, *Process Biochemistry*, 1996, vol. 31, p 105-111.
- Hammad M., Badarneh D., Tahboub K., Evaluating variable organic waste to produce methane, *Energy Conversion and Management*, 1999, vol. 40, p 1463-1475.
- Hanafi F., Sadif N., Assobhei O., Mountadar M., Traitement des margines par électrocoagulation avec des électrodes plates en aluminium, *Revue des Sciences de L'eau*, 2009, vol. 22, p 473.
- Hartmann H., Ahring B.K., Strategies for the anaerobic digestion of the organic fraction of municipal solid waste: An overview, *Water Science and Technology*, 2006, vol. 53, p 7-22.
- Kademi A., Morin A., Ismaili-Alaoui M., Rossos S., Baratti J., Houde A., *New Horizons in Biotechnology*, Edited by Roussos S., Soccol C.R., Pandey A., Augur C., Dordrecht, 2003 , p 43-55.
- Kapellakis I.E., Tsagarakis K.P., Crowther J.C, Olive oil history, production and by-product management, *Reviews in Environmental Science and Biotechnology*, 2008, vol. 7, p 1-26.
- Khalid, A., Arshad, M., Anjum, M., Mahmood, T., Dawson L., The anaerobic digestion of solid organic waste, *Waste Management*, 2011, vol. 31, p 1737-1744.
- Khoufi S., Aloui F., Sayadi S., Treatment of olive oil mill-wastewater by combined process electro-Fenton reaction and anaerobic digestion, *Water Research*, 2006, vol. 40, p 2007-2016.
- Kotsyurbenko O. R., Nozhevnikova A. N., Kalyuzhnyy S. V., Zavarzin G. A., Methanogenic digestion of cattle manure at low temperature, *Mikrobiologiya*, 1993, vol. 62, p 761-771.

- Lacomelli A., Olive mill wastewater and SAP adopted by BACRON contracting parties, Workshop on agro-industry development in the coastal areas, with special focus on the olive oil industry, Beirut, Lebanon, 4-6 December, 2000.
- Li Y., Zhu J., Wan C., Park S.Y., Solid-state anaerobic digestion of corn stover for biogas production, American Society of Agricultural and Biological Engineers, 2011, vol. 54, p 1415-1421.
- Lynch J M., Effects of organic acids on the germination of seeds and growth of seedlings, Plant, Cell and Environment, 1980, vol. 3, p 255–259.
- Ma J., Frear C., Wang Z.W., Yu L., Zhao Q., Li X., Chen S., A simple methodology for rate-limiting step determination for anaerobic digestion of complex substrates and effect of microbial community ratio, Bioresource Technology, 2013, vol. 134, p 391-395
- Makkar H.P.S., In vitro gas methods for evaluation of feeds containing phytochemicals, Animal Feed Science and Technology, 2005, vol. 123-124, p 291-302.
- Martin G., Laffort P., Point sur l'épuration et traitement des effluents (Air/Eau): Bactériologie des milieux aquatiques : Aspect écologique et sanitaire, Edition Lavoisier, Paris, 1985, vol. 2, p 51-181.
- Martinez-Garcia G., Bachmann R.Th., Williams C.J., Andrea B., Edyvean R.G.J., Olive oil waste as a biosorbent for heavy metals, International Biodeterioration and Biodegradation, 2006, vol. 58, p 231-238.
- Mata-Alvarez J., Fundamentals of the anaerobic digestion process in Biomethanization of the Organic Fraction of Municipal Solid Wastes, Edition IWA Publishing, London, 2003, p1-20.
- Mebirouk M, Rejets des huileries, Développement d'un procédé intégré pour la biodégradation des polyphénols dans la margine, CMPP News, 2002, n°11.
- Mekki H., Anderson M., Ben Zina M., Ammar E., Valorization of olive mill wastewater by its incorporation in building bricks , Journal of Hazardous Materials, 2008, vol. 158, p 308–315.
- Mendil M ., Sebai A., Catalogue des variétés Algérienne de l'olivier : l'olivier en Algerie , Edition O.N.F.O , 2006.
- Mendil M., L'oléiculture : Expériences algériennes, Filaha Innove, 2009, p 6.

- Mendil M., Labellisation des produits arboricoles et viticoles, communication, Institut Technique de l'Arboriculture et de la Vigne, Alger, 2010, Disponible sur: <http://www.ianor.org/arbo.pdf>
- Millan B., Lucas R., Robles A., García T., Alvarez de Cienfuegos G., Gálvez A., A study on the microbiota from olive-mill wastewater (OMW) disposal lagoons, with emphasis on filamentous fungi and their biodegradative potential. *Microbiological Research*, 2000, vol. 155, p 43-7.
- Moletta R., *La méthanisation*, 3^{ème} Editions Tec & Doc, Lavoisier, Paris, France, 2015, p 513.
- Moletta, R., Zanchetta, J.V., Méthanisation biologique des déchets municipaux, Journée de l'ingénieur et du scientifique, 5 Juin 2003, Narbonne, France, p 67.
- Morisot A, Tournier J.P., Répercussions agronomiques de l'épandage d'effluents et déchets de moulins à huile d'olive. *Agronomie*, EDP Sciences, 1986, vol. 6, p 235-243.
- Mshandete A. M., Björnsson L., Kivaisi A.K., Rubindamayugi M.S. T., Mattiasson B., Effect of particle size on biogas yield from sisal fiber waste, *Renewable Energy*, 2006, vol. 31, p 2385-2392.
- Mundt J O., Lactic acid bacteria associated with raw plant food material, *Journal of Milk and food Technology*, 1970, vol. 33, p 550- 553.
- Nefzaoui A., Valorisation des sous-produits de l'olivier. In : Tisserand J.-L. (ed.), Alibés X. (ed.). *Fourrages et sous-produits méditerranéens*. Zaragoza : CIHEAM, 1991, p. 101-108. (Options Méditerranéennes : Série A. Séminaires Méditerranéens ; n. 16). *Fourrages et Sous-Produits Méditerranéens*, 5-6 Jul 1990, Montpellier (France).
- Ntougias S., Bourtzis K., Tsiamis G., The microbiology of olive mill wastes, *BioMed Research International*, 2013, vol. 2013, p16.
- Oliva O., Jacquart J., Prevot C., Methanization in fluidized bed reactors - treatment of wastewater at the El Aguila Brewery, *Water Science and Technology*, 1989, vol. 22, p 483-490.
- OMS: Organisation mondiale de la santé, Guidelines for the safe use of wastewater, excreta and grey water, World Health Organization, Geneva, 2006 , p36.
- Pagnanelli F., Toro L., Veglio F., Olive mill solid residues as heavy metal sorben material : a preliminary study, *Waste Management*, 2002, vol. 22, p 901-907.

- Paraskeva P., Diamadopoulos E., Technologies for olive mill wastewater (OMW) treatment: a review, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 2006, vol. 81, p 1475–1485.
- Paredes C., Cegarra J., Roig A., Sañchez-Monedero M.A., Bernal M.P., Characterization of olive-mill wastewater (alpechin) and its sludge for agricultural purposes, *Bioresource Technology*, 1999, vol. 67, p 111–115.
- Poggi-Varaldo, H.M., Valdés, L., Esparza-García, F., Fernandez-Villagómez, G. 1., Solid substrate anaerobic co-digestion of paper mill sludge, biosolids and municipal waste, *Water Science and Technology*, 1997, vol. 35, p 197-204.
- Pohland F .G editor, Design of anaerobic process for treatment and industrial and municipal wastes. *Water Quality Management Library*, Technomic Publishing Co. USA, 1992, Vol.7, p 119-145.
- Pommier, S., Chenu, D., Quintard, M., Lefebvre, X., A logistic model for the prediction of the influence of water on the solid waste methanization in landfills. *Biotechnology and Bioengineering*, 2007, vol. 97, p 473-482.
- Procida G ., Ceccon L., Gas chromatographic determination of free fatty acids in olive mill waste waters, *Analytica Chimica Acta*, 2006, vol. 561, p 103–106.
- Ramos-Cormenzana A., Physical, chemical, microbiological and biochemical characteristics of vegetation water, *International symposium of olive byproducts valorization FA*, Sevilla (Spain), 5-7 mars 1986, p 19-40.
- Ranalli A., The effluent from olive mills: Proposals for re-use and purification with reference to Italian legislation, *Olivae*, 1991, vol.39, p 26-40.
- Ranalli G., Alfano G., Bahammi M., Belli G., Lustrato., Gestion des sous-produits de la filière oléicole au Maroc, *Organisation des Nations Unies pour le Développement Industriel*, 2003, vol.8, p 5-59.
- Raposo, F., De la Rubia, M.A., Fernández-Cegrí R.B., Anaerobic digestion of solid organic substrates in batch mode: An overview relating to methane yields and experimental procedures, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2011, vol. 16, p 861-877.
- Riffaldi R., Levi-Minzi R., Saviozzi A., Vanni G., Scagnozzi A., Effect of the disposal of sludge from olive oil processing on some soil characteristics: Laboratory experiments, *Water Air Soil Pollution*, 1993, vol. 69, p 257–264.
- Rodier J., *Analyse de l'eau : eau naturelle, eau résiduaire, eau de mer*, 8ème édition, DUNOD, 1996, p 1400.

- Romano R., Zhang R., Co-digestion of union juice and wastewater sludge using an anaerobic mixed biflora reactor, *Bioresource Technology*, 2008, vol. 99, p 631-637.
- Rugani, A., Levasseur, P., État des lieux et perspectives de développement de la très petite méthanisation agricole (< 80kWe), Journées recherche et industrie biogaz méthanisation, 3-5 février 2015, Rennes, France.
- Sabbah I., Marsook T., Basheer S., The effect of pre-treatment on anaerobic activity of olive mill wastewater using batch and continuous systems, *Process Biochemistry*, 2004, vol. 9, p 1947–1951.
- Salem M.Z.M., El-Adawy M.M., Robinson P.H., Nutritive evaluations of some browse tree foliages during the dry season: Secondary compounds, feed intake and in vivo digestibility in sheep and goats, *Animal Feed Science and Technology*, 2006, vol. 127, p 251-267.
- Samperdro I., Aranda E., Martin J., Garcia Garrido J.M., Garcia Romero I., Ocampo J.A., Saprobic fungi decrease plant toxicity caused by olive mill residues, *Applied Soil Ecology*, 2004, vol. 26, p149-156 .
- Sansoucy R., Utilisation Des Sous-Produits De L'olivier En Alimentation Animale Dans Le Bassin Méditerranéen, Étude FAO Production Et Santé Animales, 1984, vol.43, p121
- Saviozzi A., Riffaldi R., Levi-Minzi R., Scagnozzi A., Vanni G., Decomposition of vegetation-water sludge in soil, *Bioresource Technology*, 1993, vol. 44, p 223–228.
- Shabou R., Zairi M., BenDhia H., Characterization and environmental impacts of olive oil waste water, *Disposal Environmental Technology*, 2005, vol. 26, p 35-45.
- Sharma B. K., Clark A. K., Drackley J. K., Sahlua T., Schingoethe D. J., Digestibility in vitro and by sheep of sunflower hulls treated with sodium, potassium and ammonium hydroxides, *Canadienne de Science Animale*, 1988, vol. 68, p 987-992.
- Shofield P., Mbugua D.M., Pell A.N., Analysis of condensed tannin: a review, *Animal Feed Science and Technology*, 2001, vol. 91, p 21-40.
- Solagro, Agence de l'eau Adour-Garonne, La digestion anaérobie des boues urbaines état des lieux, état de l'art, France, Imprimerie Ménard, 2001.
- Solagro, Etude des coûts de production d'électricité à partir du biogaz, 2002, p 28-32.
- Stasinakis A.S., Elia I., A.V. Petalas., Halvadakis C.P., Removal of total phenols from olive-mill wastewater using an agricultural by-product olive pomace, *Journal of Hazardous Materials*, 2008, vol. 160, p 408–413.

- Stronach S., Rudd M., Lester T., Start-up of anaerobic bioreactors on high strength industrial wastes, *Biomass*, 1987, vol. 13, p 173-197.
- Sunyoto N. M. S., Zhu M., Zhang Z., Zhang D., Effect of Biochar Addition and Initial pH on Hydrogen Production from the First Phase of Two-Phase Anaerobic Digestion of Carbohydrates Food Waste, *Energy Procedia*, 2017, vol. 105, p 379–384.
- Syphax., Pollution à la margine : Vallée de la Soummam, Les cours d'eau en souffrent à chaque campagne oléicole. La dépêche de la Kabylie : Le journal des hommes libres 20 Décembre 2012, Algérie, 2013.
- Topal H., Atimtay A.T., Durmaz A., Olive cake combustion in a circulating fluidized bed, *Fuel*, 2003, vol. 82, p 1049-1056.
- Turick C. E., Peck M. W., Chynoweth D. P., Jerger D. E., White E. H., Zsuffa L., Andy Kenney W., Methane fermentation of woody biomass, *Bioresource Technology*, 1991, vol. 37, p 141–147
- Usman, M.A., Olanipekun, O.O., Ogunbanwo, O.A., Effect of temperature on Biogas generation from Lignocellulosic Substrate, *International Journal of Research in Chemistry and Environment*, 2012, vol. 2 , p 68-71.
- Van Lier, J.B., Grolle, K.C., Stams, A.J., Conway de Macario, E., Lettinga, G., Start-up of a thermophilic upflow anaerobic sludge bed (UASB) reactor with mesophilic granular sludge, *Applied Microbiology and Biotechnology*, 1992, vol. 37, p 130–135.
- Ward J., Haslam C., Haslam R., The impact of health and safety management on organisations and their staff: Report submitted to the IOSH Research Committee, Institution of Occupational Safety and Health (IOSH) and Loughborough University, 2008.
- Xu F., Shi J., Lv W., Yu Z., Li Y., Comparison of different liquid anaerobic digestion effluents as inocula and nitrogen sources for solid-state batch anaerobic digestion of corn stover, *Waste Management*, 2013, vol. 33, p 23-32
- Yadvika S., Sreekrishnan T. R., Sangeeta K., Vineet R., Enhancement of biogas production from solid substrates using different technique - A Review, *Bioresource Technology*, 2004, vol. 95, p 1-10.
- Yamaguchi, M., Minami, K., Tanimoto, Y., Okamura, K. Effects of volatile fatty acids on methanogenesis of methanol and of pregrowth with methanol on acetate utilization by methanogens. *Journal of Fermentation and Bioengineering*, 1989, vol. 68, p 428-432.

- Zahari A., Tazi A., Azzi M., Optimization of treatment conditions of Olive Oil Mill Wastewater by superoxidant $K_3Fe_xMn_yO_8$, Journal of Materials Environmental Science, 2014, vol. 5, p 484-489.
- Zaidi F., Hassissene N., Allouache H., Kichou M., Ourdani S., Rezki K., Bellal M., Grongnet J.F., Youyou A., Les composés phénoliques, facteur limitant du grignon d'olive chez les ruminants, Revue de Médecine Vétérinaire, 2009, vol. 160, p 67-73.
- Zbakh H., El Abbassi A., Potential use of olive mill wastewater in the preparation of functional beverages: a review, Journal of Functional Foods, 2002, vol. 4, p 53-65.

VALORISATION DE LA FRACTION ORGANIQUE DES RESIDUS AGRICOLES ET DES SOUS-PRODUITS OLEICOLES PAR LA CO-METHANISATION

Auteurs : BOUDABIA Hadjer & DAHOU Kheira

Résumé : La co-méthanisation ou la co-digestion anaérobie est un processus de fermentation de la matière organique par des microorganismes en conditions d'*anaérobies* qui permet de produire du biogaz source d'énergie renouvelable.

Notre protocole d'expérimentation s'est basé sur une série d'expériences *in vivo* et *in vitro* pour déterminer les conditions optimales à la production du biogaz en milieu solide et liquide. L'analyse physico-chimique des sous-produits oléicoles a prouvé l'existence d'un pourcentage important en matière organique dans ces derniers.

L'utilisation d'un modèle animal poulet d'élevage, recevant un régime alimentaire quasiment exclusive en grignon d'olive a permis à son microbiote intestinal de s'adapter au substrat (le grignon d'olive) utilisé lors de la méthanisation ce qui a réduit considérablement le temps de fermentation

La réalisation des précultures à base de fiente de poulet et margine stérilisée à contribuer à l'élimination de la phase de latence ce qui traduit par une adaptation de la culture microbienne aux substrats. La culture en batch en milieu solide (fiente + grignon) à température mésophile et avec une agitation continu favorise d'avantage la production de biogaz que la co-digestion en milieu liquide (fiente + margine). A cet égard, nous supposons que le rapport substrat/ inoculum utiliser dans notre travail, pourraient être à l'origine de l'accélération du processus de méthanisation.

Ainsi l'ajout des fientes des poulets à la fraction résiduaire oléicole a permis de réduire le temps de la digestion anaérobie et améliorer la productivité de biogaz.

Mots clés : déchets oléicoles, déchets avicoles, fermentation, digestion anaérobie, biogaz.

VALUATION OF THE ORGANIC FRACTION OF AGRICULTURAL RESIDUES AND OLIVE WASTE BY CO-METHANIZATION

Authors : BOUDABIA Hadjer & DAHOU Kheira

Abstract: The co-methanization or anaerobic co-digestion is a fermentation process of organic matter by microorganisms in anaerobic conditions to produce biogas as a renewable energy source.

Our experimental protocol was based on a series of *in vivo* and *in vitro* experiments to determine the optimal conditions for biogas production in solid and liquid mixture.

The physicochemical analysis of olive oil waste has proved the existence of a significant percentage of organic matter.

The using of farm chicken, receiving an almost exclusive diet of olive pomace allowed its intestinal microbiotas to be adapted to the olive pomace substrate used during methanization which significantly reduced the fermentation time.

The implementation of pre-culture based on sterilized olive mill wastewater and chicken manure contributed to the elimination of the latency phase, which results in an adaptation of the microbial culture to the substrates. Batch culture in a solid mixture (manure + pomace) at mesophilic temperature with continuous stirring favors the production of biogas more than co-digestion in a liquid mixture (manure + mill).

For that, we suppose that the ratio substrate / inoculum used in our work could be at the origin of the process acceleration of anaerobic digestion.

The addition of chicken manure to the residual olive oil fraction has reduced the duration of anaerobic digestion and improved the productivity of biogas.

Key words: olive oil waste, poultry waste, fermentation, anaerobic digestion, biogas.