



**HAL**  
open science

# Méthanisation des coproduits de l'industrie aviaire : rôle des prétraitements et de la co-digestion sur les performances des bioréacteurs

Marie-Noël Mansour

## ► To cite this version:

Marie-Noël Mansour. Méthanisation des coproduits de l'industrie aviaire : rôle des prétraitements et de la co-digestion sur les performances des bioréacteurs. Génie des procédés. Université de Bretagne Sud; Université Saint-Joseph (Beyrouth), 2023. Français. NNT : 2023LORIS668 . tel-04554605

**HAL Id: tel-04554605**

**<https://theses.hal.science/tel-04554605>**

Submitted on 22 Apr 2024

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## **THESE DE DOCTORAT**

Pour obtenir le grade de docteur de

**L'Université Saint Joseph de Beyrouth**

**Spécialité : Sciences de la vie et de la terre**

ET DE

**L'Université Bretagne Sud**

**Spécialité : Génie des procédés et bioprocédés**

**Méthanisation des coproduits de l'industrie aviaire : rôle des  
prétraitements et de la co-digestion sur les performances des  
bioréacteurs**

Présentée par

**Marie-Noel Mansour**

Le 04 Juillet 2023

### **Devant le jury Composé de :**

Pr Roger LTEIF	Président-Examineur
Dr Sophia GHANIMEH	Rapporteur
Dr Patrick DABERT	Rapporteur
Dr Thierry RIBEIRO	Examineur
Pr Richard MAROUN	Examineur
Pr Jean-Louis LANOISELLE	Directeur de thèse
Dr Zeina HOBAIKA	Co-directrice de thèse
Dr Thomas LENDORMI	Co-encadrant de thèse
Pr Nicolas LOUKA	Invité

**N° ordre 668**



## Remerciements

C'est merveilleux de constater à quel point la vie est remplie de moments de bonheur indescriptibles. L'un des moments les plus touchants pour moi survient lorsque je me tiens à exprimer ma gratitude. Je tiens à remercier tous ceux qui m'ont accompagné et m'ont apporté leur soutien, leur joie et leur aide précieuse tout au long de cette inoubliable aventure.

Je souhaite tout d'abord exprimer mes sincères remerciements à tous les membres du jury de thèse qui ont aimablement accepté de participer à cette évaluation. En particulier, je tiens à exprimer ma profonde gratitude au Pr Roger Lteif de l'Université Saint Joseph de Beyrouth pour avoir accepté d'en être le président du jury. Je suis également reconnaissante envers Dr Sophia Ghanimeh de l'Université de Qatar et Dr Patrick Dabert de l'Institut national de recherche pour l'agriculture, l'alimentation et l'environnement (INRAE) d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ma thèse. Leur engagement est hautement apprécié. Je tiens également à remercier Pr Richard Maroun, doyen de la faculté des sciences de l'Université Saint Joseph de Beyrouth et Dr Thierry Ribeiro de l'Institut Polytechnique UniLaSalle pour avoir accepté d'être examinateurs de mon travail. Enfin, je souhaite exprimer ma gratitude envers Pr Nicolas Louka de l'Université Saint Joseph de Beyrouth pour avoir généreusement accepté de faire partie de ce jury.

Je tiens aussi à remercier le conseil régional de Bretagne, le conseil de la recherche de l'Université Saint-Joseph, et l'AGYA (Arab German Young Academy of Sciences and Humanities) pour avoir financé ce projet de thèse.

Je souhaite exprimer mes plus sincères remerciements à mes directeurs et encadrants de thèse.

Je suis extrêmement reconnaissante envers mon directeur de thèse, Pr Jean Louis Lanoisellé pour m'avoir offert cette opportunité. Son soutien scientifique, sa pédagogie et ses conseils avisés ont été inestimables. Grand merci pour votre contribution exceptionnelle, pour le partage inestimable de votre expertise et pour votre accueil à Pontivy. Cela m'a permis de mener à bien ce projet dans les meilleures conditions, même en dépit des nombreux défis auxquels nous avons été confrontés.

Je voudrais remercier du plus profond de mon cœur Dr Zeina Hobaika. Sans votre vision et votre attitude positive envers tous les problèmes et la situation au Liban, nous n'aurions pas réussi

à terminer ce projet. Je vous suis extrêmement reconnaissante pour votre engagement inconditionnel et vos qualités humaines exceptionnelles. Dr Zeina, votre participation a apporté une valeur inestimable à cette expérience extraordinaire et a dissipé les moments éprouvants d'une manière mémorable. Je tiens à exprimer ma sincère gratitude pour votre soutien ininterrompu, votre expertise scientifique approfondie et pertinente, ainsi que votre implication à mes côtés tout au long de cette thèse.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers mon encadrant de thèse, Dr Thomas Lendormi pour son soutien au cours de ces dernières années. Grâce à sa solide expertise en recherche, ses conseils pédagogiques et ses qualités professionnelles remarquables, j'ai pu accumuler une vaste gamme de connaissances tout au long de ces quatre années. Cela m'a permis d'aborder mon parcours dans le domaine de la méthanisation avec confiance et autonomie dès le début.

J'aimerais également remercier Pr Richard Maroun et Pr Nicolas Louka pour leur précieuse contribution à cette étude, leurs conseils scientifiques, leurs soutiens constants tout au long de ma thèse, ainsi que leur participation constructive lors de nos réunions d'équipe.

Une pensée spéciale pour Dr Joseph Yaghi et Dr Andre El Khoury, mes encadrants durant mon projet de master. Grâce à votre confiance en moi, j'ai pu atteindre ce niveau. Vous avez été le point de départ de cette trajectoire.

Tous mes remerciements à Hilda de l'USJ ainsi qu'à Lucie et Marina de l'UBS, pour leur aide précieuse dans la mise en place des protocoles expérimentaux et leur soutien tout au long des challenges rencontrés lors de la préparation des déchets aviaires.

Un immense remerciement est adressé à tous mes collègues français du site de Pontivy pour leur soutien et leur accompagnement tout au long de ces quatre années. Merci à Gaelle, Flora, Anne, Claire C., Magalie, Virginie, Adeline, Stéphanie, Corinne, Marie, Pascal et Patrick. C'est avec une grande satisfaction que j'ai eu l'opportunité de vous rencontrer et je vous souhaite sincèrement plein de bonheur dans la vie.

Un remerciement spécial est adressé à Yiru, Christian et Tamara pour leur présence constante et leur aide inestimable en cas de besoin. Leur soutien et leur gentillesse ont été d'une valeur inestimable pour moi.

Les amitiés sont des trésors précieux dans nos vies. Jihane, je n'oublierai jamais les moments qu'on a vécu ensemble à Pontivy. Tu as su être là pour moi dans les moments de joie comme dans les moments difficiles, et je suis extrêmement reconnaissante de t'avoir à mes côtés. Tu as été une source constante de réconfort, d'écoute attentive et de conseils avisés. Cynthia, je me souviens encore de ce jour où nous nous sommes rencontrés et de l'immédiateté de notre connexion. Tu étais toujours là pour moi à chaque fois que j'avais besoin de conseils, d'encouragement ou simplement de quelqu'un à qui parler. Jeanne, je voulais prendre un moment pour t'exprimer ma gratitude et dire combien je suis chanceuse de t'avoir rencontrée. Ta gentillesse, ton soutien et ta joie de vivre ont illuminé mon séjour en France et ont rendu notre amitié si précieuse. Hanady, je te remercie chaleureusement pour ta présence constante qui m'a apporté un réconfort inestimable. Depuis notre enfance, tu fais partie intégrante de ma vie, et je suis extrêmement reconnaissante de t'avoir à mes côtés. Malak, grand merci pour les moments inoubliables que nous avons partagés ensemble et pour ton soutien et tes encouragements constants tout au long de mon parcours.

Un GRAND MERCI à ma famille qui, sans eux, je ne serais pas là où je suis aujourd'hui. Nicolas, Rita, Maroun et Joy, votre présence et votre soutien inconditionnel ont été essentiel dans les moments de joie et de tristesse. Votre amour et votre bienveillance ont toujours été une source d'inspiration pour moi, me motivant à atteindre mes objectifs et à surmonter tous les défis. Rita, merci pour tes prières qui étaient la source de ma force et de ma patience. Teta Samira, merci pour ton affection et ton soutien ininterrompu. Merci également à mes tantes, oncles, cousins et cousines.

Enfin, j'adresse mes remerciements du fond du cœur, à mon fiancé et système de support, Claud. Tu es toujours là pour m'écouter, me conseiller et me motiver. Ta confiance en moi me pousse à donner le meilleur de moi-même et à réaliser mes rêves. Merci, mon amour, pour tout ce que tu es et tout ce que tu as fait afin de me faciliter cette aventure.

Merci à tous ceux qui ont apporté leur contribution, qu'elle soit directe ou indirecte, à la réalisation de ce remarquable parcours dans ma vie.

Je terminerai par un remerciement particulier, pour toi, mon Dieu, pour ta grâce infinie qui guide mes pas et pour les bénédictions que tu m'accordes chaque jour !

## Résumé

La volaille est la 2e viande consommée au monde et le développement de la filière aviaire engendre des quantités énormes de déchets aux différents niveaux de la chaîne de production. Les déchets aviaires sont riches en matière organique, permettant leur utilisation comme substrat pour la production de biogaz par digestion anaérobie (DA). D'autre part, la demande d'énergie renouvelable et biosourcée, couplée au souci de la gestion des déchets d'élevage, a avivé l'intérêt pour la production de méthane à partir des déchets d'élevage.

Dans le cadre de notre travail, nous avons cherché à valoriser les déchets aviaires par le processus de DA. Dans un premier temps, nous avons déterminé les caractéristiques de différents déchets aviaires (déchets d'abattoirs et fientes) ainsi que leur potentiel méthanogène respectif afin de valider notre biomasse comme source potentielle d'énergie. L'effet du prétraitement thermique par hygiénisation appliqué aux substrats sur la production de méthane a été mis en évidence. De plus, nous avons étudié l'influence du ratio substrat/inoculum, de la nature de l'inoculum, des concentrations d'ammoniac et du temps de stockage des fientes sur le processus de DA en déterminant les conditions optimales de fonctionnement. Ensuite, nous avons validé le procédé par une expérience en mode semi-continu, montrant une efficacité et une stabilité du processus. L'étude de la biodégradabilité des composantes biochimiques du substrat utilisé a appuyé nos résultats. Enfin et dans le but d'améliorer la production de méthane en mode semi-continu, une co-digestion des fientes aviaires avec de la boue physico-chimique d'abattoir a été menée. L'ajout de 40 % de boue aux fientes aviaires a permis une augmentation de 54 % de la productivité en méthane du réacteur. Ainsi cette approche s'avère être prometteuse pour une valorisation renforcée de ces déchets et des stratégies agroindustrielles durables.

### *Mots-clés*

Digestion anaérobie, déchets aviaires, potentiel méthanogène, biodégradabilité, batch, semi-continu, optimisation, prétraitements, co-digestion

## Abstract

Poultry is the 2nd most consumed meat in the world, and the development of the poultry industry generates huge quantities of waste at various stages of the production chain. Poultry waste is rich in organic matter, enabling it to be used as a substrate for the production of biogas by anaerobic digestion (AD). On the other hand, the demand for renewable and biosourced energy, coupled with concerns about livestock waste management, has fuelled interest in methane production from livestock waste.

In our work, we aimed to valorize poultry waste through the AD process. First, we determined the characteristics of different poultry wastes (slaughterhouse waste and droppings) and their respective methanogenic potential, in order to validate our biomass as a potential energy source. The effect of thermal pre-treatment by hygienization applied to the substrates on methane production was highlighted. In addition, we studied the influence of the substrate/inoculum ratio, the nature of the inoculum, ammonia concentrations and droppings storage time on the AD process, determining optimal operating conditions. Afterwards, we validated the process with a semi-continuous experiment, demonstrating the efficiency and stability of the process. A study of the biodegradability of the biochemical components of the used substrate supported our results. Finally, in order to improve methane production in semi-continuous mode, co-digestion of poultry droppings with physico-chemical slaughterhouse sludge was carried out. The addition of 40 % sludge to poultry droppings resulted in a 54 % increase in the reactor's methane productivity. This approach shows promise for enhanced valorization of these wastes and sustainable agro-industrial strategies.

### *Keywords*

Anaerobic digestion, poultry waste, methane potential, biodegradability, batch, semi-continuous, optimization, pretreatments, co-digestion

## Communications et Productions scientifiques

### *Communications dans des conférences internationales*

**Marie-Noël Mansour**, Thomas Lendormi, Lucie Dréviron, Nicolas Louka, Richard G. Maroun, Zeina Hobaika, Jean-Louis Lanoisellé, 2020, The influence of substrate/inoculum ratio, inoculum source and ammonia inhibition on anaerobic digestion of poultry waste, Renewable Energy Sources – Research and Business conference, RESRB, September 7-8, 2020, Bruxelles, Belgium (4-pages et présentation).

### *Communications dans des conférences nationales*

**Marie-Noël MANSOUR**, Zeina HOBAlKA, Jean-Louis LANOISELLE, Nicolas LOUKA, Richard G. MAROUN, Thomas LENDORMI, 2022, Impact de l'hygiénisation sur la production de méthane à partir des fientes et des déchets d'abattoirs aviaires, XVIIIe Congrès de la Société Française de Génie des Procédés, SFGP, 7-10 novembre 2022, Toulouse, France (2-pages).

**Marie-Noël MANSOUR**, Thomas LENDORMI, Nicolas LOUKA, Richard G. MAROUN, Jean-Louis LANOISELLE, Zeina HOBAlKA, 2022, Production de méthane à partir des fientes aviaires en mode semi-continu, XVIIIe Congrès de la Société Française de Génie des Procédés, SFGP, 7-10 novembre 2022, Toulouse, France (2-pages).

### *Publications ACL*

**Marie-Noël Mansour**, Thomas Lendormi, Lucie Dréviron, Amar Naji, Nicolas Louka, Richard G. Maroun, Zeina Hobaika, and Jean-Louis Lanoisellé, 2022, Influence of substrate/inoculum ratio, inoculum source and ammonia inhibition on anaerobic digestion of poultry waste. *Environ. Technol.*, 1–14. <https://doi.org/10.1080/09593330.2022.2157754>.

**Marie-Noël Mansour**, Thomas Lendormi, Nicolas Louka, Richard G. Maroun, Zeina Hobaika, and Jean-Louis Lanoisellé, 2023, Anaerobic Digestion of Poultry Droppings in Semi-Continuous Mode and Effect of Their Co-Digestion with Physico-Chemical Sludge on Methane Yield, *Sustainability*, 15(7), 5997. <https://doi.org/10.3390/su15075997>.

---

## Abréviations

AD : *Anaerobic Digestion*

ADR : *Acid Detergent Residue*, Rétenant du détergent acide

ADS : *Acid Detergent Solution*, Solution de détergent acide

AGLC : Acides Gras à Longues Chaînes

AGV : Acides Gras Volatils

AMPTS : *Automatic Methane Potential Test System*

ASS : *Acid Sulphuric Solution*, Solution d'acide sulfurique

ASSR : *Acid Sulfuric Residue*, Rétenant du détergent d'acide sulfurique

ATP : Adénosine-triphosphate

AVT : Acidité Volatile Totale (g eq.  $\text{CH}_3\text{COOH}\cdot\text{L}^{-1}$ )

BMP : *Biochemical Methane Potential*, Potentiel biochimique de méthane ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4\cdot\text{kg}^{-1} \text{MV}$ )

$\text{BMP}_0$  : *Maximum Biochemical Methane Potential*, Potentiel biochimique de méthane maximal ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4\cdot\text{kg}^{-1} \text{MV}$ )

COA : Charge Organique Appliquée ( $\text{kg MV}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{j}^{-1}$ )

CSAD : *Continuous Stirred Anaerobic Digestors*

DA : Digestion Anaérobie

DCO : Demande Chimique en Oxygène ( $\text{gO}_2\cdot\text{kg}^{-1}$ )

FAN : *Free Ammonia Nitrogen* ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )

FOS : *Flüchtige Organische Säure* (allemand) ou *Free Organic Acids* ( $\text{g eq. CH}_3\text{COOH}\cdot\text{L}^{-1}$ )

$K_H$  : Constante d'hydrolyse ( $\text{j}^{-1}$ )

MB : Matière Brute

MS : Matière Sèche ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )

Mtep : Million de tonnes équivalent pétrole

MV : Matière Volatile ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )

NDR : *Neutral Detergent Residue*, Rétentat du détergent neutre

NDS : *Neutral Detergent Solution*, Solution de détergent neutre

$\text{NH}_4\text{Cl}$  : Chlorure d'ammonium ( $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )

N- $\text{NH}_3$  : Ammoniac ( $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )

NTK : *Nitrogen Total* ( $\text{g N-NTK}\cdot\text{kg}^{-1}$ )

OLR : *Organic Loading Rate*

Rmax : Taux de production maximal de méthane ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4\cdot\text{kg}^{-1} \text{MV}\cdot\text{j}^{-1}$ )

S/I : Ratio Substrat sur Inoculum

SD : *Standard Deviation*

SPSS : *Statistical Package for the Social Sciences*

SSE : *Sum Squared Error* ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4\cdot\text{kg}^{-1} \text{MV}$ )<sup>2</sup>

STEP : STation d'EPuration

TAC : Titre Alcalimétrique Complet ( $\text{g eq. CaCO}_3\cdot\text{L}^{-1}$ )

TAN : *Total Ammoniacal Nitrogen* ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )

TSH : Temps de Séjour Hydraulique (j)

$\lambda$  : Phase de latence (jours)

## Liste des figures

Figure I.1 : Composition des déchets au Liban (Mikhael <i>et al.</i> , 2015).....	28
Figure I.2 : Traitement des déchets produits au Liban (Mikhael <i>et al.</i> , 2015).....	29
Figure I.3 : Evolution des tonnages de déchets municipaux traités en France selon la nature du traitement (ADEME 2021, Déchets, chiffres clés) .....	30
Figure I.4 : Répartition de la production aviaire par Mohafazat (en %) (FAO, 2017).....	32
Figure I.5 : La spécialisation des élevages Bretons (Agreste Bretagne, 2013).....	33
Figure I.6 : Répartition des déjections avicoles (ITAVI, 2013).....	34
Figure I.7: Les différentes étapes de la digestion anaérobie .....	39
Figure I.8 : Différents types d'énergies produites par le méthane (adaptée de Cresson, 2011), avec PCI, le pouvoir calorifique inférieur. ....	41
Figure I.9 : (a) réacteur monophasique tubulaire, (b) réacteur monophasique CSTR, (c) réacteur à plusieurs phases avec colonnes à bulles, (d) réacteur à plusieurs phases avec cuve agitée mécaniquement, (e) réacteur à plusieurs phases avec colonnes à plateau, (f) réacteur catalytique à lit fixe, (g) réacteur catalytique à lit mobile et (h) réacteur catalytique UASB à flux ascendant. Avec, B : baffle dans (d) et billes inertes dans (f), T : turbines à six pales plates, D : distributeur de gaz, P : plateau distributeur, C : catalyseur, A : alimentation, S : sortie, G : gaz (Trambouze, 1993).....	49
Figure I.10 : Mécanisme d'inhibition de l'ammoniaque chez les archées méthanogènes (Kayhanian, 1999) .....	62
Figure I.11 : L'influence des prétraitements sur la vitesse de production de méthane et sur son rendement (Montgomery et Bochmann 2014).....	66
Figure II.12 : Tapis roulant couvert de fientes et placé sous les poules pondeuses .....	75
Figure II.13 : Etapes du fractionnement Van-Soest.....	80
Figure II.14 : Différentes fractions obtenues par le fractionnement de Van-Soest. (NDR = rétentat du détergent neutre ; ADR = rétentat du détergent acide ; ASSR = rétentat de l'acide sulfurique ; Résidu 550 °C = résidu obtenu par calcination) .....	81
Figure II.15 : Etape du dosage des lipides par l'extracteur soxhlet, (a) : cartouche en cellulose et creuset, (b) : extracteur soxhlet, (c) : creuset avec lipide après extraction.....	82
Figure II.16 : Système AMPTS II : unité d'incubation (a), unité de fixation du CO <sub>2</sub> (b), unité de mesure du volume du gaz (c) et logiciel (d) .....	83
Figure II.17 : Soulèvement d'un clapet suite à l'accumulation d'un volume précis de méthane .....	84
Figure II.18: Présentation graphique des paramètres du modèle de Gompertz .....	87

Figure II.19 : Réacteur CSAD (Continuous Stirred Anaerobic Digester) de 12 L connecté à des compteurs de biogaz et de CH <sub>4</sub> . Avec (1) compteur de biogaz, (2) bouteille de solution de NaOH 3M pour capturer le CO <sub>2</sub> , (3) compteur de méthane.....	89
Figure II.20 : Système des réacteurs de 2 litres en mode semi-continu : unité d'incubation (1), unité de fixation du CO <sub>2</sub> (2) et unité de mesure du volume de méthane (3).....	91
Figure III.21 : Évolution de la production cumulée de méthane (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV) pour différents substrats aviaires. Les lignes correspondent au modèle de Gompertz et les barres représentent l'écart type moyen .....	104
Figure III.22 : Comparaison de la production cumulée de méthane (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV) de 8 types de substrats aviaires hygiénisés ou non pendant 35 jours.....	110
Figure IV.23 : Evolution de la production cumulée de méthane (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV) en fonction du rapport substrat/inoculum (S/I) et de la nature de l'inoculum (A : inoculum Liger et B : inoculum Saint Brieur), les lignes représentent le modèle exponentiel : $BMP = BMP_0[1 - e^{-tK_H}]$ .....	119
Figure IV.24 : Variation de la constante d'hydrolyse K <sub>H</sub> (jour <sup>-1</sup> ) obtenue après modélisation, en fonction du rapport substrat/inoculum (S/I) et de la nature de l'inoculum .....	121
Figure IV.25 : Variation du potentiel méthanogène maximal obtenu après modélisation en fonction du rapport substrat/inoculum (S/I) et de la nature de l'inoculum (bleu : Liger et marron : Saint-Brieuc). Les lettres représentent les résultats des tests de Tukey et la ligne horizontale la moyenne des BMP <sub>0</sub> .....	122
Figure IV.26 : Evolution de la production cumulée de méthane en fonction de la concentration d'ammoniac (N-NH <sub>3</sub> en g·L <sup>-1</sup> ) - les lignes représentent le modèle du Gompertz.....	127
Figure IV.27 : Evolution de la production cumulée de méthane en fonction du temps - les lignes représentent le modèle exponentiel : $BMP = BMP_0[1 - e^{-tK_H}]$ .....	130
Figure V.28 : Production de biogaz et de méthane (Nm <sup>3</sup> ·Nm <sup>-3</sup> réacteur·jour <sup>-1</sup> ) pendant la DA dans un réacteur CSAD. Les flèches indiquent les périodes de colmatage du réacteur et les lignes discontinues déterminent la phase de stabilité. ....	137
Figure V.29 : Comparaison du rendement de méthane entre mode semi-continu et mode batch. L'efficacité est indiquée sur fond jaune. ....	139
Figure V.30 : Composition biochimique de l'intrant (en bleu) et du produit final (en orange) récupéré lors du CSAD. Le taux de réduction de chaque fraction est indiqué sur fond jaune. ....	142
Figure V.31 : Production de méthane (Nm <sup>3</sup> ·Nm <sup>-3</sup> réacteur·jours <sup>-1</sup> ) obtenue avec chaque ratio de co-digestion (100/0, 80/20 et 60/40) appliqué pendant la durée de cette expérience. ....	146
Figure V.32 : Variation du pH (a), du FOS (b), du TAC (c) et du ratio FOS/TAC (d) dans les réacteurs au cours du temps. Les moyennes globales correspondent à la moyenne des trois mesures.....	148

## Liste des tableaux

Tableau I.1 : La population animale et sa distribution géographique au Liban (Kassab, 2005).....	31
Tableau I.2 : Caractéristiques bio-physico-chimiques des déjections aviaires .....	35
Tableau I.3 : Liste des éléments métalliques inhibiteurs et leurs concentrations inhibitrices respectives (Frédéric et Lugardon, 2007) .....	65
Tableau II.4 : Caractéristiques des bouteilles de 2 litres.....	93
Tableau II.5 : Ratios FOS/TAC et leurs indications (Mézes <i>et al.</i> , 2011) .....	96
Tableau II.6 : Préparation des mélanges de substrats pour la co-digestion.....	98
Tableau III.7 : Caractéristiques des substrats et de l'inoculum .....	102
Tableau III.8 : Paramètres cinétiques du modèle de Gompertz pour chaque substrat .....	106
Tableau III.9 : Paramètres cinétiques du modèle de Gompertz pour chaque substrat hygiénisé ou non hygiénisé .....	112
Tableau IV.10 : Caractéristiques physico-chimiques du substrat et inocula.....	117
Tableau IV.11 : Paramètres du modèle cinétique de premier ordre.....	121
Tableau IV.12 : Concentration totale d'azote ammoniacal initial et final (substrats + inoculum) pendant la DA à 37 °C.....	124
Tableau IV.13 : Concentrations de NH <sub>4</sub> Cl ajoutées à chaque bouteille et les concentrations relatives de TAN (N-NH <sub>3</sub> ) et de FAN.....	126
Tableau IV.14 : Paramètres cinétiques du modèle de Gompertz pour chaque concentration d'ammoniac (N.A : Non Applicable).....	128
Tableau IV.15 : Caractéristiques des 5 lots de fientes et de l'inoculum .....	129
Tableau IV.16 : Paramètres du modèle cinétique de premier ordre.....	131
Tableau V.17 : Caractéristiques physico-chimiques du substrat .....	135
Tableau V.18 : Paramètres et conditions opératoires du réacteur CSAD .....	138
Tableau V.19 : Facteurs de stabilité du réacteur CSAD. Les valeurs correspondent aux moyennes des échantillons prélevés au début, au milieu et à la fin du processus ± écart-type de la mesure.....	140
Tableau V.20 : Composition biochimique du substrat (fientes) et du digestat et leur taux de réduction après DA.....	141
Tableau V.21 : Détermination des quantités de MS et de MV du substrat (fientes organiques de poules pondeuses), du co-substrat (boues physico-chimiques), des deux mélanges de co-digestion et de l'inoculum. ....	144
Tableau V.22 : Paramètres et conditions opératoires des différents digesteurs anaérobies .....	145

Tableau V.23 : Facteurs de stabilité de chaque duplicata de réacteur représentant les trois rapports de co-digestion. Les valeurs correspondent à la moyenne  $\pm$  l'écart-type de la mesure..... 147

## Table des matières

<b>Remerciements .....</b>	<b>3</b>
<b>Résumé .....</b>	<b>6</b>
<b>Abstract.....</b>	<b>7</b>
<b>Communications et Productions scientifiques.....</b>	<b>8</b>
<b>Abréviations.....</b>	<b>9</b>
<b>Liste des figures .....</b>	<b>11</b>
<b>Liste des tableaux .....</b>	<b>13</b>
<b>Table des matières.....</b>	<b>15</b>
<b>Introduction générale .....</b>	<b>20</b>
<b>I. Chapitre I : Synthèse bibliographique .....</b>	<b>27</b>
<b>I.1 Déchets en France et au Liban .....</b>	<b>27</b>
<i>I.1.1 Déchets au Liban .....</i>	<i>27</i>
<i>I.1.2 Déchets En France.....</i>	<i>29</i>
<b>I.2 Secteur avicole.....</b>	<b>30</b>
<i>I.2.1 Au Liban.....</i>	<i>31</i>
<i>I.2.2 En France.....</i>	<i>32</i>
<b>I.3 Caractéristiques des déchets aviaires et leur utilisation .....</b>	<b>33</b>
<i>I.3.1 Déjections aviaires.....</i>	<i>33</i>
<i>I.3.2 Déchets d'abattoirs .....</i>	<i>35</i>
<b>I.4 S'orienter vers les énergies renouvelables.....</b>	<b>36</b>
<i>I.4.1 Au Liban.....</i>	<i>37</i>
<i>I.4.2 En France.....</i>	<i>37</i>
<b>I.5 La méthanisation ou digestion anaérobie.....</b>	<b>38</b>
<i>I.5.1 Définition .....</i>	<i>38</i>
<i>I.5.2 Avantage et inconvénients de la DA.....</i>	<i>38</i>
<i>I.5.3 Les étapes de la digestion anaérobie .....</i>	<i>39</i>
<i>I.5.4 Autres réactions .....</i>	<i>40</i>
<i>I.5.5 Domaine d'application de la DA et l'utilisation du biogaz .....</i>	<i>41</i>
<i>I.5.6 Application de la DA sur les déchets avicoles .....</i>	<i>41</i>
<b>I.6 Calcul théorique du potentiel de production de méthane.....</b>	<b>42</b>
<b>I.7 Les procédés de digestion anaérobie.....</b>	<b>44</b>
<i>I.7.1 Les différents modes de DA.....</i>	<i>44</i>
I.7.1.1 DA en mode batch ou discontinu et modélisations mathématiques .....	44

I.7.1.1.1	Modèle cinétique de premier ordre .....	45
I.7.1.1.2	Modèle Gompertz modifié .....	46
I.7.1.2	DA en mode continu et ses différents réacteurs .....	46
I.7.1.3	DA en mode semi-continu .....	50
I.7.2	Paramètres opératoires durant la digestion anaérobie .....	50
I.7.2.1	Température .....	50
I.7.2.2	TSH .....	51
I.7.2.3	COA .....	51
I.7.2.4	pH.....	52
I.7.2.5	Alcalinité (TAC) .....	53
I.7.2.6	Acides gras volatils (FOS) .....	54
I.7.2.7	Nutriments.....	54
I.7.2.8	Inoculum .....	55
I.7.2.9	Ratio S/I .....	56
I.7.2.10	Agitation.....	56
I.7.2.11	Granulométrie .....	57
I.7.2.12	Concentration d'hydrogène.....	57
I.7.3	Démarrage des digesteurs anaérobies .....	57
<b>I.8</b>	<b>Les inhibiteurs de la méthanisation .....</b>	<b>58</b>
I.8.1	L'ammoniac .....	59
I.8.1.1	Concentrations inhibitrices par le TAN .....	59
I.8.1.2	Inhibition par le FAN .....	60
I.8.1.3	Effet de l'ammoniac sur la communauté bactérienne .....	61
I.8.1.4	Le mécanisme d'inhibition.....	61
I.8.2	Les AGV .....	62
I.8.2.1	Causes d'accumulation des AGV .....	63
I.8.2.2	Concentrations inhibitrices.....	63
I.8.3	Autres inhibiteurs .....	63
I.8.3.1	AGLC (acides gras à longues chaînes) .....	63
I.8.3.2	Eléments métalliques .....	64
I.8.3.3	Sulfure d'hydrogène .....	65
I.8.3.4	Oxygène .....	65
<b>I.9</b>	<b>Optimisation du processus par application des prétraitements et de la co-digestion</b> <b>.....</b>	<b>.65</b>
I.9.1	Prétraitements thermiques et hygiénisation.....	67

I.9.2	<i>Co-digestion</i> .....	69
<b>I.10</b>	<b>Projet de thèse</b> .....	<b>70</b>
<b>II.</b>	<b>Chapitre II : Matériels et méthodes</b> .....	<b>74</b>
<b>II.1</b>	<b>Échantillonnage</b> .....	<b>74</b>
II.1.1	<i>Substrats aviaires</i> .....	74
II.1.2	<i>Inocula</i> .....	75
<b>II.2</b>	<b>Caractéristiques bio-physico-chimiques des substrats et des digestats</b> .....	<b>76</b>
II.2.1	<i>Matières sèches (MS)</i> .....	76
II.2.2	<i>Matières volatiles (MV)</i> .....	76
II.2.3	<i>Demande chimique en oxygène (DCO)</i> .....	77
II.2.4	<i>Dosage de l'Azote (ammoniacal et total)</i> .....	77
II.2.4.1	<i>Dosage de l'azote ammoniacal NH<sub>3</sub></i> .....	77
II.2.4.2	<i>Dosage de l'azote total (NTK)</i> .....	78
II.2.5	<i>Dosage de l'azote et du phosphore total</i> .....	78
II.2.6	<i>Fractionnement biochimique par la méthode de Van-Soest</i> .....	79
II.2.7	<i>Dosage des lipides (méthode de soxhlet)</i> .....	81
<b>II.3</b>	<b>Procédé de méthanisation en mode batch des fientes de volailles</b> .....	<b>82</b>
II.3.1	<i>Description et principe de fonctionnement de l'AMPTS (Automatic Methane Potential Test System)</i> .....	82
II.3.2	<i>Calcul de normalisation du gaz</i> .....	84
II.3.3	<i>Démarrage de l'AMPTSII et conditions opératoires</i> .....	86
II.3.4	<i>Modélisation cinétique</i> .....	86
<b>II.4</b>	<b>Procédé de méthanisation en mode semi-continu</b> .....	<b>88</b>
II.4.1	<i>Digesteur CSAD (Continuous Stirred Anaerobic Digestors) de 12 Litres</i> .....	88
II.4.1.1	<i>Description et principe de fonctionnement</i> .....	88
II.4.1.2	<i>Conditions expérimentales : production de méthane par les fientes aviaires en mode semi-continu</i> .....	89
II.4.2	<i>Digesteurs de 2 litres</i> .....	91
II.4.2.1	<i>Description et principe de fonctionnement</i> .....	91
II.4.2.2	<i>Conditions expérimentales : évaluation de l'effet des fientes aviaires avec de la boue physico-chimique sur la production de méthane en semi-continu</i> .....	92
II.4.3	<i>Méthodes analytiques de suivi des digesteurs</i> .....	94
II.4.3.1	<i>pH</i> .....	94
II.4.3.2	<i>Dosage de l'azote et du phosphore total</i> .....	94
II.4.3.3	<i>Détermination du ratio FOS/TAC ou AVT/TAC (Titre Alcalimétrique Complet (TAC) et de l'Acidité Volatile Totale (AVT))</i> .....	94

II.4.3.4	Évaluation de la biodégradabilité des composants biochimiques de l'intrant et du produit final .....	96
II.4.3.5	Analyse de la composition du biogaz à l'aide d'un GEOTECH 5000/QED .....	96
<b>II.5</b>	<b>Optimisation de la DA des déchets aviaires .....</b>	<b>97</b>
II.5.1	Application de prétraitement thermique : hygiénisation.....	97
II.5.2	Co-digestion des fientes avec de la boue physico-chimique .....	97
<b>II.6</b>	<b>Analyses statistiques des données.....</b>	<b>98</b>
II.6.1	Coefficient de corrélations linéaires.....	98
II.6.2	Test de comparaison des moyennes .....	98
<b>III.</b>	<b>Chapitre III : Digestion anaérobie des déchets aviaires : caractérisation biochimique des déchets et étude de l'influence de l'hygiénisation sur leur potentiel méthanogène.....</b>	<b>100</b>
<b>III.1</b>	<b>Caractérisation et détermination du potentiel méthanogène de différents déchets aviaires . .....</b>	<b>101</b>
III.1.1	Caractérisation des substrats et inoculum.....	101
III.1.2	Expérience en mode batch .....	102
III.1.3	Modélisation cinétique .....	104
<b>III.2</b>	<b>L'influence de l'hygiénisation sur le potentiel méthanogène de différents déchets aviaires .....</b>	<b>106</b>
III.2.1	Expérience en mode batch .....	106
III.2.2	Comparaison du BMP entre substrats hygiénisés ou non hygiénisés .....	106
III.2.3	Modélisation cinétique .....	111
<b>III.3</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>112</b>
<b>IV.</b>	<b>Chapitre IV : Optimisation des conditions opératoires de la digestion anaérobie des fientes aviaires en mode batch .....</b>	<b>115</b>
<b>IV.1</b>	<b>Influence du ratio S/I et de l'inoculum sur le potentiel méthanogène et la constante d'hydrolyse.....</b>	<b>116</b>
IV.1.1	Caractérisation des fientes aviaires et inocula .....	116
IV.1.2	Expérience en mode batch .....	118
IV.1.3	Modélisation cinétique .....	119
IV.1.4	Étude statistique .....	121
<b>IV.2</b>	<b>L'influence de l'ammoniac sur le potentiel méthanogène des fientes aviaires .</b>	<b>122</b>
IV.2.1	Expérience en mode batch .....	122
IV.2.2	Modélisation cinétique .....	127
IV.2.3	Étude statistique .....	128
<b>IV.3</b>	<b>Influence du temps de stockage des fientes aviaires sur le potentiel méthanogène . .....</b>	<b>128</b>
IV.3.1	Caractérisation des fientes aviaires et inoculum .....	128

IV.3.2	<i>Expérience en mode batch</i> .....	129
IV.3.3	<i>Modélisation cinétique</i> .....	130
IV.3.4	<i>Étude statistique</i> .....	131
<b>IV.4</b>	<b>Conclusion</b> .....	<b>131</b>
<b>V.</b>	<b>Chapitre V : Méthanisation des fientes aviaires en mode semi-continu et détermination de l'effet de la co-digestion avec de la boue physico-chimique sur le rendement de méthane</b> .....	<b>134</b>
<b>V.1</b>	<b>Digestion anaérobie mésophile (37 °C) des fientes aviaires en mode semi-continu dans un CSAD (continuously stirred anaerobic digesters) de 12 litres</b> .....	<b>135</b>
V.1.1	<i>Caractéristiques du substrat</i> .....	135
V.1.2	<i>Production de biogaz et de méthane en mode semi-continu (CSAD)</i> .....	135
V.1.3	<i>Suivi de la manipulation et facteurs de stabilité</i> .....	139
V.1.4	<i>Composition biochimique de l'intrant et du produit final et détermination du taux de réduction</i> .....	140
<b>V.2</b>	<b>Effet de la co-digestion des fientes aviaires avec de la boue physico-chimique (un co-produit issu de l'abattoir aviaire) sur le rendement de méthane</b> .....	<b>143</b>
V.2.1	<i>Caractéristiques des substrats et inoculum</i> .....	143
V.2.2	<i>Expérience en mode semi-continu</i> .....	144
V.2.3	<i>Suivi de la manipulation et facteurs de stabilité</i> .....	146
<b>V.3</b>	<b>Conclusion</b> .....	<b>149</b>
<b>VI.</b>	<b>Chapitre VI. Conclusions générales et perspectives</b> .....	<b>151</b>
	<b>Références bibliographiques</b> .....	<b>155</b>

## **Introduction générale**

D'énormes quantités de déchets sont générées à différentes étapes du cycle de vie des produits et services liés aux activités humaines. Ces quantités sont en accroissement constant depuis de nombreuses années. Dans une approche de protection de l'environnement, la gestion de ces déchets s'avère primordiale afin de réduire leurs effets néfastes respectifs. La digestion anaérobie (DA) est l'une des technologies prometteuses qui permet de dégrader la matière organique par l'intermédiaire des archées méthanogènes et conduit à la formation du biogaz. Cette technique serait ainsi à double intérêt, permettant de valoriser les déchets, d'une part, et de réduire notre dépendance vis-à-vis des énergies fossiles, d'autre part. Outre la production de biogaz, le produit final généré à la fin du processus de DA, appelé digestat, est un produit riche en matières minérales et même organiques. Il est utilisé comme engrais ou amendement pour régénérer et améliorer la qualité des sols tout en minimisant les effets négatifs sur l'environnement. La matière organique qui constitue le digestat est appelée « matières organiques stables » (pailles, résidus, récoltes de couverts) et contribue à former l'humus. Les matières les plus biodégradables, ont été transformées en biogaz durant la DA. En moyenne, chaque tonne de déchets méthanisée permet de produire 930 kg de digestat. Actuellement, ces digestats sont valorisés par épandage sur des terrains agricoles, en raison de leurs propriétés agronomiques. Ainsi, l'utilisation du digestat permet de réduire l'usage des engrais de synthèse. Cela a permis aux exploitations agricoles de reconquérir des marges d'autonomie en azote et donc d'améliorer leurs résultats économiques. Parallèlement, l'utilisation du digestat issu de la DA limite la pollution de l'eau et de l'air et contribue à la réduction des émissions de gaz à effet de serre. Ces derniers sont inférieurs à ceux émis par une filière de production d'énergie fossile, par l'incinération de déchets organiques et par l'épandage direct des fumiers et lisiers, etc. Globalement, d'un point de vue agroécologique, la DA est une approche permettant de diminuer les pressions sur l'environnement et de préserver les ressources naturelles. Sur le plan économique, l'utilisation de la DA dans les secteurs agricoles permet l'utilisation directe de l'énergie renouvelable produite en réduisant ses coûts et le financement de la transition des exploitations vers l'agroécologie.

En outre, le développement des activités humaines a considérablement augmenté la consommation d'énergies. L'une des approches pour répondre à l'ensemble de ces enjeux est

d'utiliser les déchets organiques comme intrants pour la production de biogaz, créant ainsi des chaînes de développement durable.

Depuis l'année 2000, le secteur avicole a été secoué par des crises successives entraînant la fermeture de nombreux élevages partout dans le monde. L'une de ces crises est la grippe aviaire qui a eu lieu entre les années 2005-2006 et qui a affaibli la consommation des produits avicoles. Depuis l'année 2007 et jusqu'à récemment (crise d'influenza aviaire de 2021-2022), le secteur aviaire a repris son activité normale et s'est développé rapidement avec la consommation humaine. Il est considéré de nos jours comme l'une des activités agricoles les plus importantes à l'échelle mondiale : la volaille est la 2<sup>e</sup> viande la plus consommée dans le monde après la viande de porc. Toutefois, les grandes quantités de déchets et de coproduits générés par ce secteur tels que les déjections aviaires (fumiers, fientes et lisiers) et des déchets issus de l'abattage restent insuffisamment valorisés jusqu'à nos jours. Ces déchets sont riches en matières organiques et minérales. Les fientes, à titre d'exemple, sont connues pour leur haute teneur en matière minérale fertilisante et surtout l'azote. Si ces effluents sont épandus directement sur le sol, une perte jusqu'à 70 % de l'azote par volatilisation de l'ammoniac est causée provoquant ainsi des problèmes sur le plan économique mais surtout environnemental. L'ammoniac réagit avec des composés acides pour former des particules très fines de nitrates ou de sulfate d'ammonium responsables de l'acidification des sols et de l'eutrophisation des milieux. En plus, des problèmes d'odeurs, d'attraction d'agents pathogènes, de contamination des eaux souterraines, de détérioration de la structure biologique du sol, d'émission de gaz à effet de serre peuvent être provoqués par ces effluents s'ils ne sont pas gérés correctement. Cependant, la performance et la stabilité du processus de DA sont largement affectés par différents facteurs tels que la nature de la matière première, la teneur en humidité, les solides volatils, la taille des particules et surtout par la présence d'inhibiteurs tels que l'ammoniac et les acides gras volatils (AGV). L'intérêt de ce travail de thèse franco-libanais est de développer des connaissances utiles à la valorisation des déchets issus de l'industrie aviaire par la digestion anaérobie, afin de générer de l'énergie dite verte sous forme de méthane et d'optimiser le processus.

La collaboration entre l'Université Bretagne Sud (UBS) et l'Université Saint Joseph de Beyrouth (USJ) a débuté en 2014. Des stages et des projets de thèse visant à la valorisation de différents déchets (marcs de raisins, fientes aviaires, matériaux plastiques) par le processus de DA

ont été menés dans le cadre de ce partenariat. Le but de cette collaboration est de favoriser la conduite de projets de développement durable ayant une importance significative pour les territoires libanais et français (essentiellement breton).

Ce projet de thèse en co-tutelle a été financé par le Conseil Régional de Bretagne (France) par l'intermédiaire de l'allocation de recherche doctorale (projet MEVIBIO « Méthanisation des fumiers de volailles : rôle des prétraitements et de la conduite des bioréacteurs sur l'acclimatation des communautés bactériennes ») et par le Centre d'Analyse et de Recherche de la Faculté des sciences de l'USJ.

Dans le **chapitre I**, une revue bibliographique a été réalisée. Un état des lieux en ce qui concerne les déchets produits au Liban et en France, le secteur avicole ainsi que l'utilisation des énergies renouvelables respectifs a été mis en évidence dans ce chapitre. Ensuite, nous avons décrit le processus de DA avec une présentation des technologies associées, des conditions opératoires et des inhibiteurs de ce processus. Nous avons mis l'accent également sur les principes d'optimisation du processus de DA, particulièrement sur les traitements thermiques et la co-digestion.

Le **chapitre II** décrit les méthodologies appliquées et le matériel utilisé pour la réalisation de ce travail. Nous illustrons ainsi la préparation des produits, les protocoles expérimentaux des processus de DA en mode batch et semi-continu, la modélisation des résultats obtenus, les analyses physicochimiques réalisées ainsi que les différents facteurs de suivi du processus.

Différents objectifs ont été visés dans cette thèse. Nous les détaillons dans trois différents chapitres de résultats :

Le **chapitre III** couvre la caractérisation bio-physico-chimique de différents déchets aviaires (les déchets d'abattoirs et les fientes aviaires), une étape primordiale afin de comprendre leur composition en matières organiques. Ensuite, l'évaluation ainsi que la validation du potentiel méthanogène de ces différents déchets aviaires est effectuée en appliquant le processus de digestion anaérobie en mode batch dans des conditions mésophiles. Ensuite, une étude de l'influence du traitement thermique par hygiénisation, imposé par le règlement européen UE 142/2011, est appliquée afin de démontrer son influence sur le rendement de méthane et sur sa cinétique de production pour les différents substrats aviaires.

Par la suite, nous avons poursuivi notre étude en choisissant les fientes aviaires comme substrat du fait qu'elles sont les déchets les moins valorisés de nos jours. Le **chapitre IV** décrit alors l'optimisation du processus de DA des fientes aviaires en mode batch. En fait, les fientes sont des déchets très complexes, leur composition dépend de plusieurs facteurs tels que la nutrition des volailles, l'humidité ou la sécheresse, la quantité de paille et autres. Elles sont connues généralement pour leur richesse en azote, qui, à une concentration donnée pourrait devenir problématique pour la DA. Pour cette raison, nous explorons l'influence de différents facteurs tels que le ratio substrat/inoculum (S/I), la nature de l'inoculum, la concentration de l'ammoniac et le temps de stockage, sur le potentiel méthanogène et sur la cinétique biochimique. Par la suite, les conditions opératoires optimales de ce processus sont déterminées.

Plus loin, dans la première partie du **chapitre V**, nous exploitons la faisabilité technique du procédé de DA des fientes aviaires à une échelle industrielle. Dans ce but, une extrapolation au mode semi-continu est nécessaire, en suivant au quotidien le volume du biogaz et de méthane produit par les fientes aviaires dans un digesteur parfaitement mélangé (CSAD) à 37 °C. Le pH, le taux d'acidité et d'alcalinité, le ratio FOS/TAC (Acidité Volatile Totale/Titre Alcalimétrique Complet) ainsi que la teneur du digestat récupéré en azote et phosphore totaux, ont été déterminés tout au long de la période d'opération afin de surveiller la stabilité de notre processus. De plus, une analyse de la composition biochimique des fientes (substrat) et du digestat final a été effectuée par la méthode de Van-Soest (détermination des fibres lignocellulosiques) et Soxhlet (détermination de la teneur en lipide). Cela nous a permis de comparer la teneur en matière organique et fibreuse entre le début et la fin de la manipulation permettant ainsi une meilleure compréhension de la biodégradabilité des différentes fractions biochimiques et sa corrélation respective avec le rendement de méthane obtenu.

Enfin, la deuxième partie du **chapitre V** consiste en l'intensification de la production de méthane au cours d'une DA en semi-continu. À cet effet, nous nous sommes intéressés à évaluer l'effet de la co-digestion des fientes aviaires avec un autre substrat issu de l'industrie avicole, qui est la boue physico-chimique. Cette dernière est un produit du traitement primaire des eaux usées de l'abattoir, et a un pouvoir méthanogène important. Alors, la co-digestion des fientes avec de la boue physico-chimique à deux différents ratios a été réalisée dans des réacteurs de 2 litres en mode semi-continu fonctionnant à température mésophile, tout en suivant la stabilité du processus.

Cette thèse se termine par le **chapitre VI** comprenant une conclusion générale accompagnée de perspectives offertes par ce projet.

# Chapitre I. Synthèse bibliographique

<b>I. Chapitre I : Synthèse bibliographique</b> .....	Error! Bookmark not defined.
<b>I.1 Déchets en France et au Liban</b> .....	Error! Bookmark not defined.
I.1.1 Déchets au Liban .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.1.2 Déchets En France.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>I.2 Secteur avicole</b> .....	Error! Bookmark not defined.
I.2.1 Au Liban.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.2.2 En France.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>I.3 Caractéristiques des déchets aviaires et leur utilisation</b> Error! Bookmark not defined.	
I.3.1 Déjections aviaires.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.3.2 Déchets d'abattoirs .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>I.4 S'orienter vers les énergies renouvelables</b> .....	Error! Bookmark not defined.
I.4.1 Au Liban.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.4.2 En France.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>I.5 La méthanisation ou digestion anaérobie</b> .....	Error! Bookmark not defined.
I.5.1 Définition .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.5.2 Avantage et inconvénients de la DA.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.5.3 Les étapes de la digestion anaérobie .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.5.4 Autres réactions .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.5.5 Domaine d'application de la DA et l'utilisation du biogaz	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>defined.</b>	
I.5.6 Application de la DA sur les déchets avicoles .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>I.6 Calcul théorique du potentiel de production de méthane</b> Error! Bookmark not defined.	
<b>defined.</b>	
<b>I.7 Les procédés de digestion anaérobie</b> .....	Error! Bookmark not defined.
I.7.1 Les différents modes de DA.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.1.1 DA en mode batch ou discontinu et modélisations mathématiques	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>not defined.</b>	
I.7.1.1.1 Modèle cinétique de premier ordre .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.1.1.2 Modèle Gompertz modifié .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.1.2 DA en mode continu et ses différents réacteurs .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.1.3 DA en mode semi-continu .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2 Paramètres opératoires durant la digestion anaérobie ..	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.1 Température .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>

I.7.2.2	TSH .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.3	COA .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.4	pH.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.5	Alcalinité (TAC) .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.6	Acides gras volatils (FOS) .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.7	Nutriments.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.8	Inoculum .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.9	Ratio S/I .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.10	Agitation.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.11	Granulométrie .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.2.12	Concentration d'hydrogène.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.7.3	<i>Démarrage des digesteurs anaérobies</i> .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>I.8</b>	<b>Les inhibiteurs de la méthanisation</b> .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.1	<i>L'ammoniac</i> .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.1.1	Concentrations inhibitrices par le TAN .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.1.2	Inhibition par le FAN.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.1.3	Effet de l'ammoniac sur la communauté bactérienne	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.1.4	Le mécanisme d'inhibition.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.2	<i>Les AGV</i> .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.2.1	Causes d'accumulation des AGV.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.2.2	Concentrations inhibitrices.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.3	<i>Autres inhibiteurs</i> .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.3.1	AGLC (acides gras à longues chaînes) .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.3.2	Éléments métalliques .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.3.3	Sulfure d'hydrogène .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.8.3.4	Oxygène .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>I.9</b>	<b>Optimisation du processus par application des prétraitements et de la co-digestion</b> .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.9.1	<i>Prétraitements thermiques et hygiénisation</i> .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
I.9.2	<i>Co-digestion</i> .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>I.10</b>	<b>Projet de thèse</b> .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>

## I. Chapitre I : Synthèse bibliographique

Cette étude bibliographique est divisée en neuf parties détaillant différents points reliés à notre projet de thèse. Les quatre premières parties nous exposent l'état au Liban et en France en ce qui concerne les déchets produits, le secteur avicole avec une description des caractéristiques des déchets aviaires ainsi que l'état des énergies renouvelables dans ces deux pays. Dans les quatre parties qui suivent, une description détaillée du processus de digestion anaérobie (DA) est menée. Nous y présentons alors le principe de cette technique, les étapes principales, les réactions biochimiques correspondantes, les différents réacteurs, les conditions opératoires ainsi que les inhibiteurs de ce processus. Finalement, nous abordons l'optimisation du processus de DA en nous intéressant principalement aux traitements thermiques et à la co-digestion, qui auraient un effet positif sur la production de biogaz.

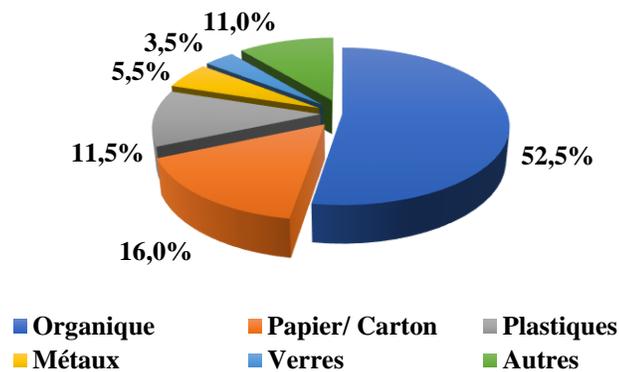
### I.1 Déchets en France et au Liban

Au cours du dernier siècle, le monde a connu une augmentation de la production de déchets due à l'accroissement de la population humaine, de ses activités quotidiennes ainsi qu'au progrès de l'industrie, surtout celle agricole afin de répondre aux demandes de nourriture (Afilal *et al.*, 2014 ; Ribeiro *et al.*, 2018 ; Li *et al.*, 2019). Cette production énorme de déchets a un effet néfaste sur l'environnement tel que le rejet de gaz à effet de serre, la dégradation de la qualité de l'atmosphère, la pollution des ressources en eau, le dégagement d'odeurs, l'attraction de parasites... (Ma *et al.*, 2011 ; Divya *et al.*, 2015). D'autre part, la consommation d'énergie a considérablement augmenté suite à la hausse des activités humaines. Selon Planetoscope, en 2017, la consommation d'énergie finale dans le monde était de 13 511,2 Millions de tonnes d'équivalent pétrole (Mtep) par an, marquant une augmentation de près de 2 % par rapport à 2016, et de 40 % depuis 2000 (presque 9000 Mtep en 2000).

#### I.1.1 Déchets au Liban

Le Liban est un pays de 10 452 km<sup>2</sup> situé le long et à l'intérieur des terres de la Méditerranée orientale. En 2013, la population libanaise était d'environ 5,6 millions de personnes et ce nombre continue à accroître chaque année jusqu'à atteindre presque 8 millions de personnes à la fin de l'année 2022, en comptant les résidents non libanais. Cet accroissement de la population avec l'influence d'autres facteurs tels que le changement de mode de vie des communautés, l'urbanisation, l'absence de cadre juridique avec la mauvaise application de la loi et les habitudes

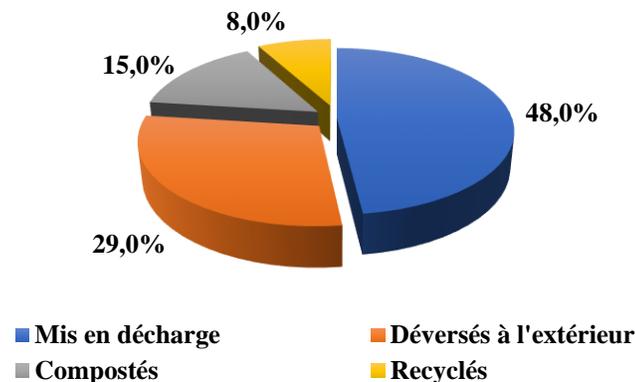
sociales qui n'encouragent pas la minimisation des déchets (Rizkallah *et al.*, 2014 ; Abbas *et al.*, 2017), causent une aggravation de la production de déchets dans ce pays. Les dernières études concernant le taux de déchets au Liban ont été établies en 2015. Selon Sweep-Net, le Liban produit environ 2,55 millions de tonnes de déchets par an, où chaque personne génère environ 0,8 à 1,2 kg par jour (Mikhael *et al.*, 2015). Selon la Figure I.1, on peut conclure que la majorité des déchets ( $\approx 52,5\%$ ) est organique en raison de l'hospitalité exubérante et de la composition de la cuisine libanaise . De plus, les déchets solides municipaux (DSM) augmentent chaque année d'un taux de 1,65 % mais les municipalités sont toujours incapables de les traiter et les éliminer (Rizkallah *et al.*, 2014 ; Mikhael *et al.*, 2015).



**Figure I.1 : Composition des déchets au Liban (Mikhael *et al.*, 2015)**

Malgré ces quantités importantes de déchets et les risques sanitaires et environnementaux qu'elles représentent, l'État Libanais n'a toujours pas réussi à élaborer un plan national, en vue de leur élimination. Cette dernière est particulièrement difficile au Liban en raison de son relief accidenté et de sa superficie limitée. De plus, les options de gestion mises en place rendent la situation problématique. En effet, le Liban a connu au cours des années une crise de gestion des déchets qui a conduit à la dispersion au hasard des sites de décharge et d'incinération dans tout le pays, causant ainsi de graves conséquences sur la santé, l'économie et l'environnement (Abbas *et al.*, 2017). Comme le montre la Figure I.2, parmi les déchets générés, 48 % sont mis en décharge, 29 % sont déversés à l'extérieur, 15 % sont compostés, tandis que seulement 8 % sont recyclés (Figure I.2) (Rizkallah *et al.*, 2014 ; Mikhael *et al.*, 2015). Une grande partie des déchets n'est pas alors traitée et est jetée ou abandonnée dans divers endroits ou encore éliminée dans des décharges

non équipées. Cela risque de transformer le Liban en un grand dépotoir, à l'heure où l'élaboration d'une stratégie globale s'avère indispensable.



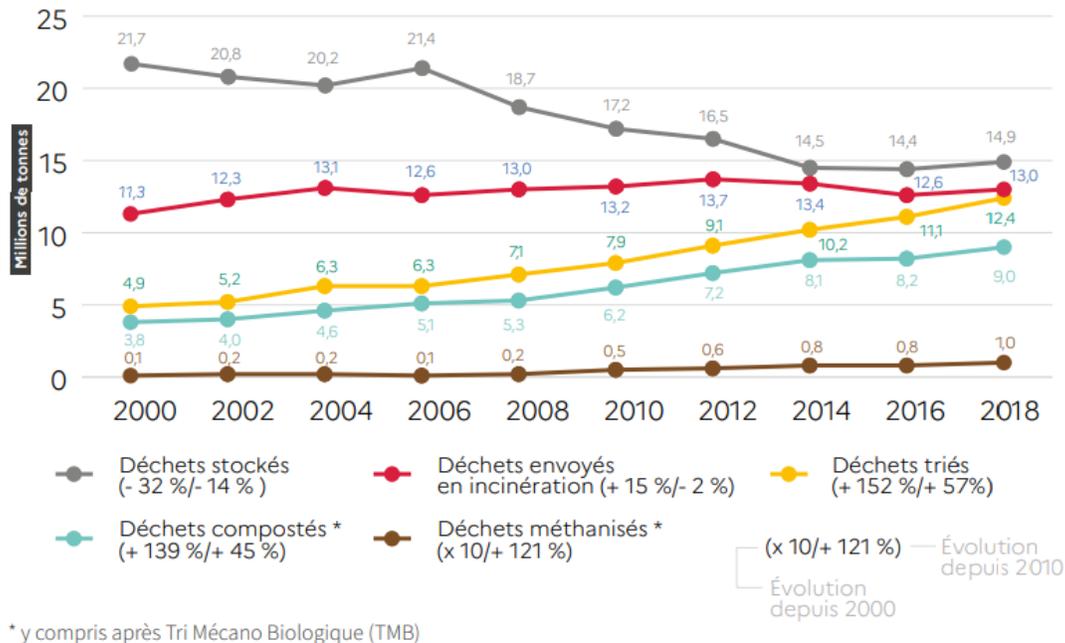
**Figure I.2 : Traitement des déchets produits au Liban (Mikhael et al., 2015)**

### 1.1.2 Déchets En France

La France est un pays européen de 549 087 km<sup>2</sup> situé en Europe occidentale et qui s'étend de la Méditerranée à la mer du Nord et à la Manche, et du Rhin à l'Océan Atlantique. Selon Planetoscope, la production de déchets en France touche près de 330 millions de tonnes chaque année pour une population de 67,8 millions. L'émission des déchets diffère selon les secteurs avec 240 millions de tonnes pour le secteur de la construction, 72 millions de tonnes pour les activités économiques en dehors de la construction et 39 millions de tonnes pour les ménages. À noter que les déchets organiques, hors déchets de l'agriculture et sylviculture, montent à 46,3 millions de tonnes (ADEME 2021, Déchets, chiffres clés).

Malgré cette production volumineuse, la gestion des déchets est bien maîtrisée en France. 66 % sont recyclés ou remblayés, 28 % sont éliminés et 6 % sont valorisés sous forme d'énergie. Plusieurs filières de gestion sont mises en place telles que le tri pour le recyclage, les traitements biologiques (compostage et méthanisation), les traitements thermiques (incinération) et le stockage. La Figure I.3 illustre comment que l'évolution de la réglementation et la prise de conscience écologique ont conduit à une augmentation des biodéchets valorisés en compostage ou en méthanisation et à une hausse du taux de recyclage grâce à la mise en place obligatoire du tri des déchets tout en diminuant les quantités stockées en décharge. À terme, l'objectif est de

poursuivre la tendance à la diminution de quantités de déchets envoyés en centres d'enfouissement (ADEME 2021, Déchets, chiffres clés).



**Figure I.3 : Evolution des tonnages de déchets municipaux traités en France selon la nature du traitement (ADEME 2021, Déchets, chiffres clés)**

## I.2 Secteur avicole

L'industrie aviaire se développe rapidement avec la consommation humaine (Böjti *et al.*, 2017). Pour répondre à la demande croissante, la production mondiale de viande de volaille est passée de 9 à 132 millions de tonnes entre 1961 et 2019 et la production d'œufs de 15 à 90 millions de tonnes, pour la même période. La volaille est la 2<sup>ème</sup> viande la plus consommée au monde. Selon la FAO (2022), la viande de volaille représentait en 2019 environ 39 % de la production mondiale de viande et elle devrait représenter presque 45 % de la consommation supplémentaire de viande au cours des dix prochaines années. Notons que la production mondiale de poulets et volailles est restée en croissance sur les dernières années malgré un petit ralentissement lié à l'épizootie d'influenza aviaire.

### I.2.1 Au Liban

Au Liban, le secteur aviaire est l'un des secteurs agro-industriels les plus développés et dans toutes les régions du pays (Kassab, 2005). La dernière étude concernant les différents secteurs d'élevage au Liban remonte à 2002. D'après le Tableau I.1 citant la population animale et leur distribution géographique, on remarque qu'en 2002 le secteur aviaire était le plus développé dans toutes les régions libanaises avec un total de 60 265 000 têtes. Ainsi la consommation annuelle par habitant était estimée à 22 kg de viande de poulet et 170 œufs en 2002 (Kassab, 2005). Selon la FAOStat (Food and Agriculture Organization of the United Nations Statistics), une production de 114 000 tonnes de viande de volaille et 41 500 tonnes d'œufs a été rapportée pour le Liban en 2021.

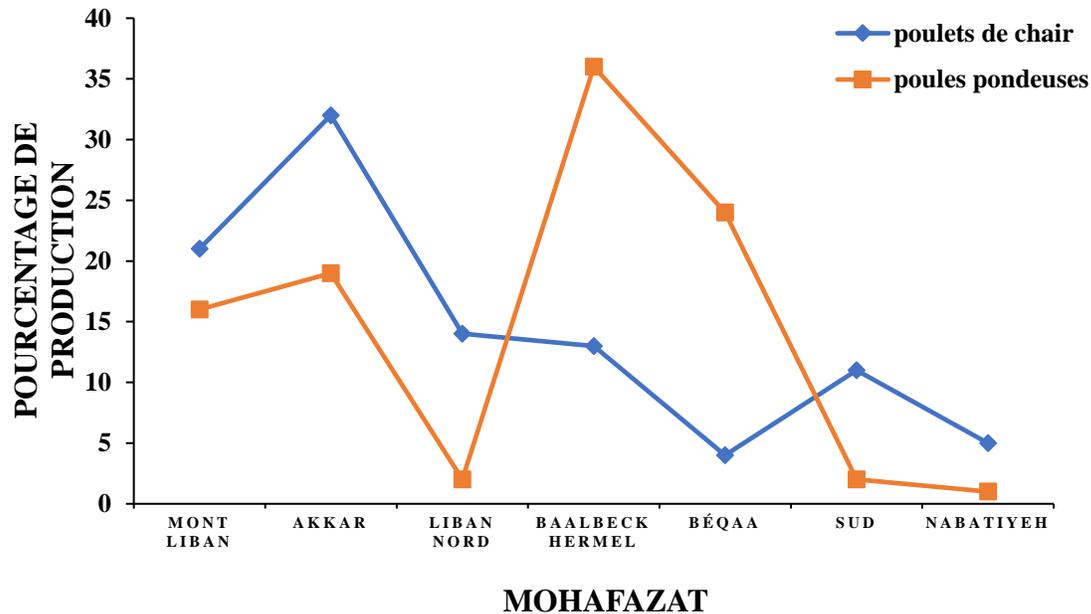
**Tableau I.1 : La population animale et sa distribution géographique au Liban (Kassab, 2005)**

<b>Espèces</b>	<b>Liban-Nord</b>	<b>Bekaa</b>	<b>Mont-Liban</b>	<b>Liban-Sud</b>	<b>Nabatieh</b>	<b>Beyrouth</b>	<b>Total</b>
<b>Bovins</b>	20.825	24.005	11.317	10.528	10.040	-	76.715
<b>Ovins</b>	59.503	220.000	4.539	9.698	18.105	-	311.845
<b>Caprins</b>	90.508	230.000	15.777	49.432	68.373	-	454.090
<b>Porcins</b>	5.000	-	15.000	-	-	-	20.000
<b>Equidés</b>	700	400	300	150	50	700	2.300
<b>Volailles</b>	22.795.000	21.125.000	9.835.000	5.360.000	1.150.000	-	60.265.000

Au Liban, différents types d'élevage sont pratiqués en aviculture :

- L'élevage fermier traditionnel qui correspond en général aux basse-cours situées à proximité de la résidence des exploitants : 412 000 poulets sont élevés par 12 416 exploitants.
- Les poulets de chair qui correspondent à 45 millions de poulets élevés par 689 éleveurs soit environ 74 pour cent de la capacité totale des fermes selon le recensement agricole fait en 2010. La production de poulets de chair est prédominante au niveau d'Akkar (32 %) suivi du Mont-Liban (21 %). Le taux dans les Mohafazats du Sud, de Baalbeck-Hermel et du Liban Nord oscille entre 11 % et 14 %. Les taux les plus bas ont été enregistrés à Nabatiyeh (5 %) et à la Béquaa (4 %) (Figure I.4).

- Les poules pondeuses qui correspondent à environ 3,8 millions de poules élevées par 1 417 éleveurs (grands et petits) soit 80 % de la capacité totale des fermes de poules pondeuses. Les taux de production varient selon la distribution géographique, en allant de 36 % et 24 % respectivement pour les Mohafazats de Baalbeck-Hermel et la Béqaa au taux les plus faibles enregistrés à Nabatiyeh, au Sud et au Liban Nord (entre 1 % et 2 %) (Figure I.4) (FAO 2017).

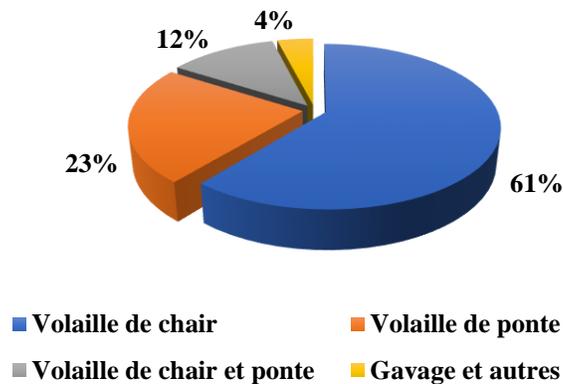


**Figure I.4 : Répartition de la production aviaire par Mohafazat (en %) (FAO, 2017)**

### I.2.2 En France

La consommation de viande de poulet en France est en augmentation continue jusqu'en 2019 (Agreste Bretagne, 2020) ; et il est connu que 1 poulet français sur 3 est produit en Bretagne. En effet, la Bretagne est la première région avicole en France avec 61 % des exploitations qui élèvent des volailles de chair uniquement, 23 % pour des pondeuses exclusivement et 12 % font à la fois de la chair et de la ponte (Figure I.5). Les autres activités avicoles restent marginales (4 % pour le gavage et autres). Ainsi elle constitue 44 % du cheptel national en termes de poules pondeuses et 30 % du cheptel national pour les volailles de chair. Deux départements concentrent géographiquement les structures avicoles : les Côtes d'Armor pour la ponte (la moitié des élevages de ponte bretons) et le Morbihan pour la chair (le tiers des élevages de chair bretons) (Agreste

Bretagne, 2013). Il était rapporté en 2018 une production bretonne de 532 000 tonnes de viandes de volailles et de plus de 5,9 milliards d'œufs de consommation (Agreste Bretagne, 2019).



**Figure I.5 : La spécialisation des élevages Bretons (Agreste Bretagne, 2013)**

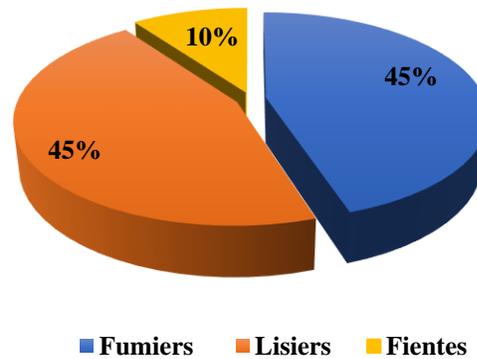
### I.3 Caractéristiques des déchets aviaires et leur utilisation

Outre les produits de consommation issus de l'aviculture (viande et œufs), différents types de déchets proviennent de cette industrie agricole tels que les déjections aviaire (fumiers, fientes et lisiers) et les déchets issus du processus d'abattage (plumes, viscères, carcasses, sang, eaux usées...).

#### I.3.1 Déjections aviaires

Il est possible de classer les déjections avicoles en trois grands types : les produits liquides (lisiers) issus de l'élevage des poules pondeuses et des canards à rôtir ou en gavage, les produits pâteux, plus ou moins secs (fientes) issus de l'élevage des poules pondeuses et les fumiers provenant de l'élevage des poulets, dindes, pintades, cailles, canards prêts à gaver, pondeuses au sol et volailles de reproduction (ITAVI 2013).

Sur la base de l'enquête d'aviculture 2008, la production Française de déjections issues de l'aviculture est estimée par an à environ 2,5 millions de tonnes de fumiers, 2,5 millions de tonnes de lisiers et 0,6 million de tonnes de fientes ; soit un total de 5,6 millions de tonnes de déjections aviaires par an (Figure I.6) (ITAVI 2013).



**Figure I.6 : Répartition des déjections avicoles (ITAVI, 2013)**

Ces déjections sont très riches en éléments fertilisants importants (Tableau I.2). Selon les données de l'ITAVI (2001), le rejet lié à l'élevage avicole en France est actuellement d'environ 90 000 tonnes d'azote épanachable par an, 35 000 tonnes de phosphore (P), et 100 000 tonnes de potasse (ITAVI 2013). Leur teneur en matière minérale favorise la fertilisation du sol et améliore ses propriétés biologiques et physico-chimiques (apport d'oligo-éléments : cuivre, zinc, magnésium...) le rendant plus résistant aux agressions telles que la sécheresse, les maladies et la toxicité (ADEME 2012, les fientes de volailles ; Gomgnimbou *et al.*, 2019). Le Tableau I.2 résume les caractéristiques des déjections aviaires. Selon les différentes références bibliographiques, on remarque que la large gamme de chaque élément étudié reflète la complexité et la diversité des déjections aviaires. En effet, le temps et la manière de récupération de ces déchets (fraîches ou ayant subi une période de stockage), la méthode d'élevage et l'alimentation pourraient être des raisons possibles de la différenciation de ces résultats (Sadaka *et al.*, 2003 ; Wedwitschka *et al.*, 2020).

**Tableau I.2 : Caractéristiques bio-physico-chimiques des déjections aviaires**

<b>Caractéristiques</b>	<b>Déjections aviaires</b>	<b>Références</b>
<b>Matière sèche, MS (%)</b>	<b>25-85</b>	(Decoopman, 2006 ; ADEME 2012, les fientes de volailles ; Li <i>et al.</i> , 2014 ; Böjti <i>et al.</i> , 2017 ; Wedwitschka <i>et al.</i> , 2020)
<b>Matière volatile, MV (%)</b>	<b>20-92</b>	(Decoopman, 2006 ; ADEME 2012, les fientes de volailles ; Li <i>et al.</i> , 2014 ; Böjti <i>et al.</i> , 2017 ; Wedwitschka <i>et al.</i> , 2020)
<b>C/N</b>	<b>6-10</b>	(Decoopman, 2006 ; Li <i>et al.</i> , 2014 ; Böjti <i>et al.</i> , 2017)
<b>Azote totale NTK (g·kg<sup>-1</sup> MB)</b>	<b>15-55</b>	(Decoopman, 2006 ; ADEME 2012, les fientes de volailles ; Li <i>et al.</i> , 2014 ; Böjti <i>et al.</i> , 2017 ; Bres <i>et al.</i> , 2018)
<b>Azote ammoniacal NH<sub>4</sub>-N (g·kg<sup>-1</sup> MB)</b>	<b>0,5-5,8</b>	(Decoopman, 2006 ; Kafle et Chen, 2016 ; Farrow <i>et al.</i> , 2017)
<b>Phosphore (g·kg<sup>-1</sup> MB)</b>	<b>14-40</b>	(Decoopman, 2006 ; ADEME 2012, les fientes de volailles ; Borowski <i>et al.</i> , 2014 ; Li <i>et al.</i> , 2014 ; Anjum <i>et al.</i> , 2017 ; Böjti <i>et al.</i> , 2017 ; Bres <i>et al.</i> , 2018)
<b>Potassium (g·kg<sup>-1</sup> MB)</b>	<b>12-29</b>	(Decoopman, 2006 ; ADEME 2012, les fientes de volailles ; Borowski <i>et al.</i> , 2014 ; Anjum <i>et al.</i> , 2017 ; Bres <i>et al.</i> , 2018)
<b>Calcium (g·kg<sup>-1</sup> MB)</b>	<b>10-85</b>	(Decoopman, 2006 ; ADEME 2012, les fientes de volailles ; Borowski <i>et al.</i> , 2014 ; Anjum <i>et al.</i> , 2017 ; Böjti <i>et al.</i> , 2017 ; Bres <i>et al.</i> , 2018)
<b>Magnésium (g·kg<sup>-1</sup> MB)</b>	<b>6-11</b>	(Decoopman, 2006 ; ADEME 2012, les fientes de volailles ; Borowski <i>et al.</i> , 2014 ; Anjum <i>et al.</i> , 2017 ; Böjti <i>et al.</i> , 2017 ; Bres <i>et al.</i> , 2018)

### I.3.2 Déchets d'abattoirs

La croissance des industries aviaires a engendré une production de quantités élevées de sous-produits solides organiques, qui sont considérés comme des déchets organiques des abattoirs. Soulignons que les processus d'abattage sont composés de différentes étapes consécutives telles

que l'amarrage, l'abattage, le saignement, l'échaudage, la cueillette et le chant, l'éviscération, le lavage, le refroidissement et le traitement ultérieur pour la découpe et le désossage de la viande. On récupère ainsi : le fumier de volaille et les plumes de l'étape d'amarrage, le sang du processus de saignement, les plumes aussi du processus de cueillette et de chant après l'échaudage, les résidus intestinaux du processus d'éviscération et finalement les boues provenant de l'étape de découpe de la viande et des stations d'épuration de l'abattoir (Yoon *et al.*, 2014a).

Jusqu'à présent, les déchets solides organiques provenant d'abattoirs de volailles ont été principalement recyclés en tant que matière première animale par le processus d'équarrissage ou ont été utilisés comme ressources pour la production de compost agricole. Ces déchets solides organiques se caractérisent par des teneurs en matières sèches (MS) supérieures à 10 - 15 % et sont principalement composées de protéines et de graisses animales (Yoon *et al.*, 2014a). Plusieurs chercheurs ont analysé les unités de rejet des déchets des abattoirs de volailles et ont rapporté que, à titre d'exemple, le sang représentait environ 2 % du poids vif d'une volaille, environ 40 g de volaille et que les résidus intestinaux générés lors de l'étape d'éviscération étaient de 180 g/volaille lorsqu'une volaille de 1,8 à 1,9 kg ait été abattue (Salminen et Rintala, 2002a).

#### **I.4 S'orienter vers les énergies renouvelables**

Les énergies renouvelables sont des sources qui se renouvellent d'elles-mêmes et seront peu ou pas épuisées à l'échelle de l'humanité, comme les énergies solaire, éolienne, hydraulique, géothermique, marine et la bioénergie. Alors que les sources non renouvelables sont des énergies fossiles comme le pétrole, le charbon et le gaz dont les gisements limités peuvent être épuisés. A part le fait qu'elles évitent l'épuisement des ressources fossiles, les énergies renouvelables réduisent également la détérioration de l'environnement. Les coûts de production de ces énergies sont beaucoup plus élevés que ceux des combustibles fossiles. Mais l'évolution rapide de la situation, la demande croissante d'énergies renouvelables dans le monde et l'augmentation du prix du gaz et du pétrole ces dernières années conduisent à une diminution rapide de leurs coûts de production (Energy Bit, intelligent energy Europe).

D'après le rapport de 2018 de l'Agence Internationale de l'Énergie, les énergies renouvelables représentent 16,4 % de la consommation finale d'énergie dans le monde. C'est environ 1 % de plus qu'en 1990 (15,5 %). Cependant, cette croissance des énergies renouvelables n'est pas homogène partout dans le monde. Aujourd'hui, c'est en Europe que les énergies

renouvelables représentent la part la plus importante de la consommation énergétique, avec 17 % en moyenne selon l'Agence Internationale de l'Énergie (Ekwateur 2019).

#### *1.4.1 Au Liban*

La demande d'énergie primaire (l'énergie contenue dans les ressources naturelles telle que le fioul et gaz) et finale (l'énergie utilisée par le consommateur telle que l'électricité) est toujours en croissance mais en 2006 cette demande a connu une baisse significative suite à l'assassinat du premier ministre Rafic Hariri puis à la guerre israélienne de l'été 2006. À partir de 2007, la croissance de la demande d'énergie primaire et finale a repris pour atteindre respectivement 32 % et 22 % de plus qu'en 2000 (Jouni et Mourtada 2013). Le Liban ne dispose pas de production pétrolière ni de raffinerie pour la transformation de pétrole brut importé alors la consommation d'énergie primaire reste dominée par les produits pétroliers (Jouni et Mourtada 2013).

Malgré tous les efforts déployés pour promouvoir les énergies renouvelables au Liban, ces formes d'énergie peinent à prendre leur place dans le bilan énergétique et représentent à peine 2 % de l'Énergie primaire du pays et il s'agit principalement de l'hydroélectricité. À ce jour, il n'existe pas de plan national pour le développement des énergies renouvelables au Liban, malgré la déclaration du gouvernement libanais en 2010 fixant un objectif de 12 % d'énergies renouvelables en 2020, mais il n'y a pas eu de mise en œuvre ou de suivi (ADEME 2015).

#### *1.4.2 En France*

En France, les énergies renouvelables représentent 16,3 % de la consommation finale brute d'énergie, un chiffre qui a augmenté d'environ 67 % depuis 1990. À l'exception de la biomasse, l'hydroélectricité représente la part la plus importante des énergies renouvelables du pays, soit 19,8 % de l'énergie renouvelable totale. L'hydroélectricité représente ainsi 12 % de la production française d'électricité. Les énergies renouvelables étaient ainsi la quatrième source d'énergie primaire en 2017, derrière le nucléaire (40,0 %), les produits pétroliers (28,9 %) et le gaz (15,7 %) (Ekwateur 2019). La directive 2009/28/CE a fixé pour la France un objectif de 23 % d'énergie produite à partir de sources renouvelables dans la consommation finale brute d'énergie à l'horizon 2020 (Coltier *et al.*, 2019).

Le monde s'oriente donc de plus en plus vers des sources d'énergie renouvelables pour remplacer les énergies fossiles. Une des méthodes les plus encouragées pour la valorisation des déchets organiques et la production d'une énergie verte serait la méthanisation.

## **I.5 La méthanisation ou digestion anaérobie**

### *I.5.1 Définition*

La méthanisation ou la digestion anaérobie (DA) est un processus biologique de dégradation de la matière organique qui se base sur des réactions naturelles de fermentation réalisées par des populations de bactéries anaérobies (en absence d'oxygène) et qui conduit à la formation d'un biogaz qui est un mélange inflammable composé principalement de méthane (CH<sub>4</sub>) et de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) (Frédéric et Lugardon, 2007) dans un rapport d'environ 3:1 en volume (Ribeiro *et al.*, 2018). Ce gaz est similaire au gaz de pétrole liquéfié (GPL) ou au gaz naturel comprimé (GNC) (Abbasi *et al.*, 2012) et n'émet pas de suie ou d'odeurs désagréables (Ribeiro *et al.*, 2018).

La méthanisation est notamment un processus naturel où se déroule une fermentation spontanée dans les écosystèmes naturels comme les marais, les rizières, les sédiments lacustres et marins, le sol, les intestins de mammifères et le tractus intestinal de certains termites (Frédéric et Lugardon, 2007 ; Cresson, 2011).

### *I.5.2 Avantage et inconvénients de la DA*

La digestion anaérobie (DA) est une alternative pour la gestion des déchets attractifs (tels que les déchets de volaille riches en matières organiques) qui, s'ils sont mal gérés, peuvent entraîner de nombreuses conséquences indésirables pour l'environnement telles que des problèmes d'odeurs, l'attraction d'insectes et d'agents pathogènes (rongeurs, insectes et autres parasites), la contamination des eaux souterraines, le ruissellement des eaux de surface, la détérioration de la structure biologique du sol, l'émission de gaz à effet de serre, etc. (Salminen et Rintala, 2002a ; Cresson, 2011 ; Bőjti *et al.*, 2017 ; Rodriguez-Verde *et al.*, 2018). La DA serait alors une double solution d'une part pour traiter les déchets et d'autre part, pour produire du biogaz (méthane), utilisé ultérieurement comme alternative aux combustibles fossiles (Salminen et Rintala, 2002a ; Bernet, 2015 ; Farrow *et al.*, 2017 ; Rodriguez-Verde *et al.*, 2018).

Malgré ces avantages, une des limitations de ce procédé l'empêchant d'être largement commercialisé serait une mauvaise stabilité opérationnelle. En effet, la performance et la stabilité du processus sont affectées par plusieurs facteurs tels que la nature de la matière première, la teneur en humidité, les solides volatils, les nutriments, la taille des particules, la biodégradabilité de la matière et la présence d'inhibiteurs tels que l'ammoniac et les acides gras volatils (AGV) (Rajagopal *et al.*, 2013 ; Divya *et al.*, 2015).

### I.5.3 Les étapes de la digestion anaérobie

Cette fermentation « méthanique » est séparée en quatre étapes biochimiques correspondant à l'action de différents groupes bactériens anaérobies (Frédéric et Lugardon, 2007 ; Bernet, 2015). La figure I.7 illustre les étapes majeures de la DA :

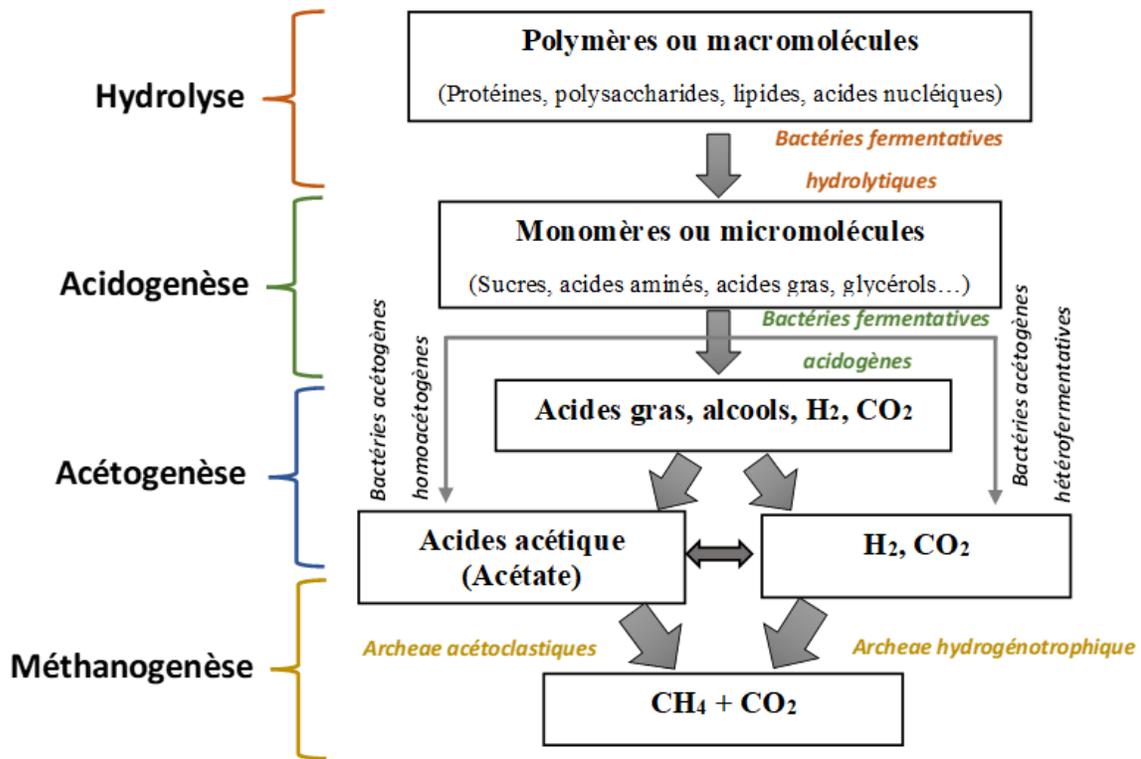


Figure I.7: Les différentes étapes de la digestion anaérobie

- L'hydrolyse des composés organiques → c'est la première étape de conversion qui consiste à dégrader les macromolécules organiques (polysaccharides, protéines, lipides) en monomères (sucres simples, acides aminés, acides gras...) par l'intermédiaire d'enzymes extracellulaires produites par des bactéries hydrolytiques. Cette étape est limitante dans le cas de la méthanisation de substrats solides complexes ;
- Acidogénèse → cette étape consiste à transformer les monomères obtenus dans l'étape précédente en acides gras (majoritairement des acides gras volatils tels que l'acide acétique, propionique butyrique, etc) en certains acides organiques (lactate, succinate), en alcools (éthanol), en hydrogène et dioxyde de carbone par l'intermédiaire des bactéries acidogènes.

Dans le cas où la quantité de matière organique introduite dépasse la capacité de traitement de la biomasse (surcharge organique), il y aura accumulation d'un substrat intermédiaire « les AGV » qui ont une action inhibitrice sur les bactéries acétogènes et archées méthanogènes (impliquées dans les deux étapes suivantes) et peuvent conduire à l'arrêt du processus ;

- Acétogénèse → c'est une étape clé qui conduit à convertir les molécules produites précédemment (produits de l'hydrolyse ou de l'acidogénèse) en précurseurs de la méthanogénèse : acétate, hydrogène et dioxyde de carbone. Cette étape peut se faire par deux voies : soit par la voie hétérofermentaire qui conduit à la production d'hydrogène, de dioxyde de carbone et d'autres acides tel que l'acétate, soit par la voie homoacétogène produisant exclusivement de l'acétate à partir d'AGV et d'alcool ;
- Méthanogénèse → cette dernière étape conduit à la formation du méthane soit à partir de H<sub>2</sub> et de CO<sub>2</sub> soit par de l'acétate. Ces deux voies de la méthanogénèse sont réalisées par des microorganismes anaérobies stricts appartenant au domaine des Archaeas. La méthanogénèse hydrogénotrophe utilise l'hydrogène pour réduire le CO<sub>2</sub> en méthane et elle est accomplie par les bactéries hydrogénophile. La méthanogénèse acétoclaste permet la production de méthane et de CO<sub>2</sub> à partir d'acétate par l'action des bactéries acétoclastes (Frédéric et Lugardon, 2007; Bernet, 2015; Moletta, 2015).

Les deux premières étapes peuvent être regroupées en une seule car elles ne correspondent pas vraiment à deux groupes de bactéries bien distincts (Frédéric et Lugardon, 2007).

#### 1.5.4 Autres réactions

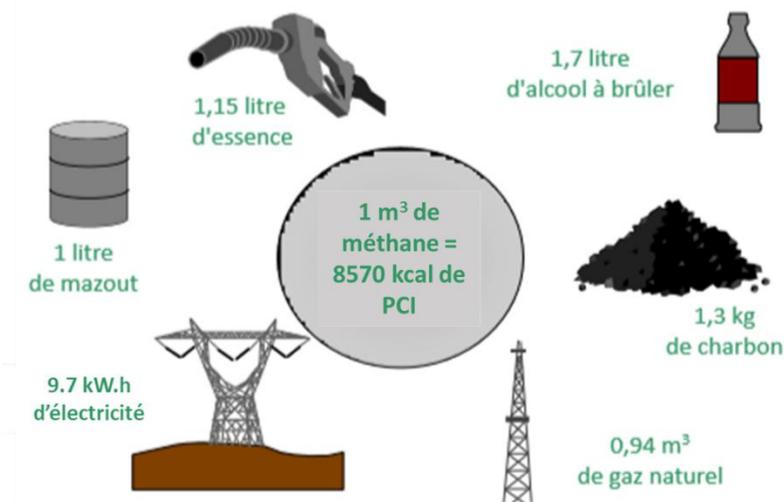
Dans des conditions anaérobies, deux autres processus impliquant de nouveaux groupes bactériens peuvent avoir lieu. Le premier en utilisant le sulfate (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) comme source d'énergie ; les bactéries sulfato-réductrices sont capables d'oxyder les acides gras (dont l'acétate), les alcools, ou l'hydrogène, pour produire l'acétate, le dioxyde de carbone et les formes réduites du soufre soit HS<sup>-</sup> et H<sub>2</sub>S. Le second processus en présence de nitrates où les bactéries dénitrifiantes, vont réduire le nitrate NO<sub>3</sub><sup>-</sup> et le nitrite NO<sub>2</sub><sup>-</sup> (dénitrification et l'annamox ou l'oxydation anaérobie de l'ammonium respectivement), afin d'oxyder aussi les acides gras (dont l'acétate), les alcools, ou

l'hydrogène et générer des produits associés aux formes réduites du nitrate tels que  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{NH}_3$  et  $\text{N}_2$  (Moletta, 2015).

#### I.5.5 Domaine d'application de la DA et l'utilisation du biogaz

La méthanisation est appliquée pour le traitement des effluents liquides et des déchets solides issus des industries chimiques, des agro-industries (papeteries...), des industries agro-alimentaires ainsi que des boues des stations d'épuration, des ordures ménagères et des déjections animales ou autres (Cresson, 2011).

Le biogaz produit est une source d'énergie potentielle à utiliser directement comme remplaçante du gaz naturel, pour produire de la chaleur et de l'électricité par cogénération ou encore comme carburant pour véhicules (Bernet, 2015).  $1 \text{ m}^3$  de méthane de 8570 kcal peut générer différents types de produits énergétiques comme le montre la Figure I.8 (adaptée de Cresson, 2011).



**Figure I.8 : Différents types d'énergies produites par le méthane (adaptée de Cresson, 2011), avec PCI, le pouvoir calorifique inférieur.**

#### I.5.6 Application de la DA sur les déchets avicoles

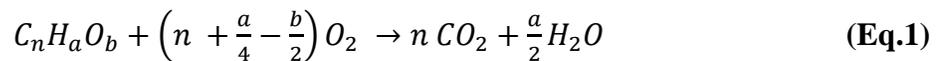
La demande de bioénergie (énergie renouvelable et d'origine biologique), associée à la préoccupation de la gestion des déchets d'élevage, a alimenté l'intérêt pour la production de méthane à partir des déchets d'élevage (Orlando *et al.*, 2020 ; Khan *et al.*, 2021). Une étude a montré que la production de biogaz par les déjections animales (36 %) est supérieure à celle

obtenue avec les déchets agro-industriels (30 %) et les déchets solides municipaux (34 %) ce qui reflète leur pouvoir méthanogène élevé (Chaiprasert, 2011 ; Divya *et al.*, 2015). Par conséquent, la DA des déchets animaux a été encouragée récemment afin de surmonter les émissions incontrôlées de méthane pendant le stockage (Rajagopal *et al.*, 2013).

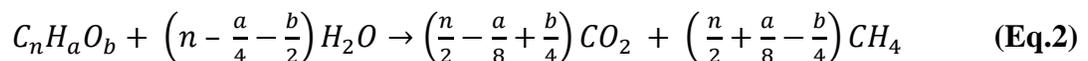
L'industrie de la volaille se développe rapidement avec la consommation humaine, entraînant de grandes quantités de déchets animaux à traiter riches en matières organiques et matières minérales (Böjti *et al.*, 2017). Cette haute teneur en matière organique facilement biodégradable, promettrait une production élevée de biogaz par DA (Rodriguez-Verde *et al.*, 2018 ; Richards *et al.*, 2022). Outre la production de biogaz, la digestion anaérobie de ces déchets entraîne la production d'un digestat riche en matières minérales et en nutriments. Ce digestat est utilisé comme engrais ou amendement pour régénérer et améliorer la qualité des sols tout en minimisant les effets négatifs sur l'environnement. Particulièrement, l'ajout de digestat anaérobie comme amendement de sol réduira les émissions de CO<sub>2</sub> par rapport aux sols amendés par des déchets non traités (Locoli *et al.*, 2019).

## I.6 Calcul théorique du potentiel de production de méthane

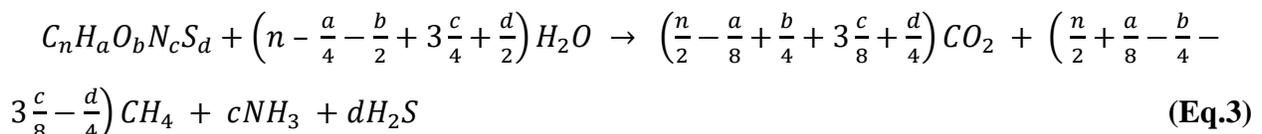
La demande chimique en oxygène DCO est, par définition, la quantité d'oxygène nécessaire pour l'oxydation du composé organique selon la formule suivante (Eq.1) :



Elle est souvent utilisée pour caractériser la matière organique et pour calculer par la suite la production théorique maximale de méthane. La quantité de biogaz formée par digestion anaérobie d'une matière organique de la forme C<sub>n</sub>H<sub>a</sub>O<sub>b</sub> totalement dégradée, peut être déterminée de manière théorique, grâce à l'équation de Buswell (Buswell et Mueller 1952) (Eq.2) complétée par Boyle (1976) (Boyle 1976) (Eq.3) :



Ou en ajoutant les molécules d'azote et de sulfates formés :



Cette réaction globale de bioconversion des déchets en biogaz résume les réactions biochimiques complexes effectuées durant les quatre différentes étapes de la méthanisation (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019). Cette équation bilan a été équilibrée en considérant une conversion totale de la matière organique en CH<sub>4</sub> et CO<sub>2</sub> en conditions anaérobies. À l'aide de cette équation bilan et en connaissant la composition élémentaire de la matière organique considérée, il est donc possible d'estimer le potentiel théorique maximal de production de biogaz. Alors ce dernier (en L·mol<sup>-1</sup>) peut ainsi être calculé à partir de l'équation précédente selon la formule suivante (**Eq.4**) (avec 22,4 : le volume molaire d'un gaz dans des conditions normales NTP) :

$$PM_{th} = \frac{\frac{n}{2} + \frac{a}{8} - \frac{b}{4}}{12n + a + 16b} \times 22,4 \quad (\text{Eq.4})$$

Avec PM<sub>th</sub>, le potentiel théorique maximal de production de biogaz.

En plus, selon les équations 1 et 2, un ratio utilisé souvent pour établir les bilans de fonctionnement des digesteurs de méthanisation peut être calculé (**Eq.5**) :

$$\frac{n_{CH_4}}{n_{O_2}} = \frac{\frac{n}{2} + \frac{a}{8} - \frac{b}{4}}{n + \frac{a}{4} - \frac{b}{2}} = \frac{1}{2} \quad (\text{Eq.5})$$

Ainsi, selon Parkin *et al.*, 1987, l'énergie extraite de la destruction de la matière organique (DCO ou MV, matière volatile) sous forme de méthane peut être calculée en utilisant l'expression suivante (**Eq.6**) :



Et cette équation implique qu'une mole de méthane (= 22,4 L à température et pression normale (NTP) = 0 °C et P = 1 atm) est équivalente à deux moles d'oxygène (64 g de DCO). Ainsi, les relations suivantes sont valides : 1 g de DCO stabilisé = 0,35 L de CH<sub>4</sub> formé à NTP (Parkin et Owen 1986). Alors, il existe une proportionnalité entre la quantité de méthane produite par la digestion anaérobie d'un composé et la quantité d'oxygène nécessaire à son oxydation totale et cette proportionnalité permet de définir un rendement théorique maximal en méthane de 0,35 Nm<sup>3</sup>·kgDCO<sup>-1</sup> (Moletta, 2015).

Tous ces calculs théoriques ne suffisent pas pour s'assurer des résultats du rendement du biogaz pour chaque type de substrats utilisés. Alors une application expérimentale est nécessaire pour l'obtention des résultats adéquats (Yoon *et al.*, 2014a,b ; Cresson, 2017).

## **I.7 Les procédés de digestion anaérobie**

### *I.7.1 Les différents modes de DA*

La DA peut être effectuée dans différents types de réacteurs et en appliquant une variété de paramètres opératoires. Ces derniers auraient une influence directe sur le rendement final de biogaz, d'où la nécessité de leur optimisation ainsi que la préservation de leur stabilité tout le long du processus.

En général, les réacteurs en mode batch ou discontinu sont utilisés en premier et à l'échelle afin d'évaluer la biodégradabilité et le potentiel de production de méthane pour un substrat donné. Ensuite et pour mieux comprendre la faisabilité technique du procédé à une échelle industrielle, des études dans des réacteurs en mode continu peuvent être effectuées avec un suivi de la stabilité et de la performance respectives (Li *et al.*, 2014).

#### I.7.1.1 DA en mode batch ou discontinu et modélisations mathématiques

La méthanisation en mode batch se réalise dans un réacteur hermétiquement fermé qui est initialement rempli avec de la matière organique (substrat) à traiter etensemencé avec de l'inoculum. Aucun échange de matières ne se déroule avec l'extérieur durant le processus. Et la réaction se poursuit jusqu'à l'épuisement du substrat à dégrader. Ce mode est utilisé en premier temps pour déterminer le pouvoir méthanogène de nos substrats ainsi que pour optimiser les conditions opératoires du processus.

Le potentiel méthanogène, également appelé BMP (*Biochemical Methane Potential*), correspond à la quantité de méthane produit par un substrat organique lors de sa biodégradation en condition anaérobie. Il peut être calculé en divisant le volume de méthane produit par la quantité de matières organiques injectées (sur la base de DCO, MS ou MV par exemple,  $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ). Une variabilité importante est parfois observée dans la littérature pour le BMP d'un même substrat en raison notamment de différents facteurs tels que la concentration en substrat, le ratio substrat/inoculum, l'origine de l'inoculum, la température et le dispositif expérimental de suivi (Angelidaki et Sanders, 2004 ; Liu *et al.*, 2009 ; Raposo *et al.*, 2012 ; De

Vrieze *et al.*, 2015 ; Wang *et al.*, 2015). Les tests en mode batch sont poursuivis jusqu'à ce que la production de biogaz soit arrêtée, voire stabilisée. Cependant, les durées de tests varient de 12 à 87 jours selon les cas avec la majorité des protocoles ayant une durée de 25 à 40 jours (Raposo *et al.*, 2011).

Les modèles mathématiques sont des méthodes qui permettent de prédiction rapide de la quantité de méthane susceptible d'être produite à partir d'un substrat donné de façon plus rapide. Ils sont utilisés couramment dans les dernières décennies pour réduire le temps des manipulations sans entreprendre des expériences approfondies longues et coûteuses. En plus, il est important de comprendre la cinétique de la production de méthane à partir des matières premières pour concevoir et évaluer les digesteurs anaérobies. En résumé, les courbes de production cumulée de méthane obtenues à partir des tests BMP permettent de recueillir des informations supplémentaires sur le déroulement du processus; comme si le rendement maximum en méthane était atteint, le taux maximum de production de méthane ainsi que la durée du décalage de la phase d'hydrolyse (Ware et Power, 2017).

Il existe plusieurs modèles mathématiques tels que le modèle cinétique du premier ordre et le modèle de Gompertz.

#### 1.7.1.1.1 Modèle cinétique de premier ordre

C'est le modèle cinétique le plus simple, qui ne prévoit pas les conditions d'une activité biologique maximale mais va donner de précieuses interprétations sur la cinétique de l'hydrolyse ce qui est très important puisque cette dernière est supposée être l'étape limitante de la digestion anaérobie. Voici une équation cinétique de base du premier ordre (Kafle et Chen, 2016) **(Eq.7)** :

$$BMP_t = BMP_0 \times \{1 - e^{-tK_H}\} \quad \text{(Eq.7)}$$

Avec  $BMP_t$ , la production cumulée de méthane à un temps  $t$  ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ),  $BMP_0$ , la production maximale prédite par le modèle ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ),  $t$ , le temps (jour) et  $K_H$ , la constante d'hydrolyse ( $\text{jour}^{-1}$ ).

Cette équation fournit une représentation précise des résultats du BMP lorsque l'hydrolyse est l'étape qui limite la vitesse, et la production maximale de méthane au temps infini ( $BMP_0$ ) représente le rendement total des MV hydrolysables au début de l'essai (Parameswaran et Rittmann, 2012).

### I.7.1.1.2 Modèle Gompertz modifié

Le modèle de Gompertz repose sur une relation exponentielle entre le taux de croissance spécifique et la densité de population. Zwietering *et al.*, en 1990, sont été les premiers à modifier certaines de ces équations de manière à ce qu'elles contiennent en prenant en considération des paramètres microbiologiquement pertinents (Zwietering *et al.*, 1990 ; Ware et Power, 2017). Ensuite Gibson *et al.*, 1987 ont modifié le modèle de Gompertz en une fonction qui décrit la densité cellulaire pendant les périodes de croissance bactérienne en termes de taux de croissance exponentiels et de durée de phase de latence (Gibson *et al.*, 1987). L'équation de ce modèle s'est appuyée sur l'hypothèse signalant que le taux de production de méthane dans un digesteur discontinu correspondant au taux de croissance spécifique des archées méthanogènes. Cette équation a été identifiée comme un bon modèle de régression empirique non linéaire et est couramment utilisée dans la simulation de l'accumulation de méthane (Kafle et Chen, 2016) **(Eq.8)** :

$$BMP_t = BMP_0 \times \exp\left\{-\exp\left(\frac{R_{max} \cdot e}{BMP_0}\right) \times (\lambda - t) + 1\right\} \quad \text{(Eq.8)}$$

Avec  $BMP_t$ , la production cumulée de méthane à un temps  $t$  ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ),  $BMP_0$ , la production maximale du modèle ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ),  $R_{max}$ , le taux de production maximal de méthane ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV} \cdot \text{jour}^{-1}$ ),  $e$ , exp de 1 (2,7182),  $\lambda$ , la phase de latence (jour) et  $t$ , le temps (jour).

Soulignons que la phase de latence représente le temps minimum nécessaire pour produire du biogaz ou pour que les bactéries s'acclimatent à l'environnement. Le taux de production maximal de méthane ( $R_{max}$ ) décrit le taux de croissance spécifique des archées méthanogènes. Alors, plus le  $R_{max}$  est élevé, plus le taux de production de méthane est élevé. Le modèle de Gompertz est ainsi le modèle le plus couramment utilisé pour la détermination de la cinétique de production de méthane mais son utilisation dépend de la présence d'une phase de latence (Ware et Power, 2017). Autrement, en absence d'une phase de latence, le modèle exponentiel de premier ordre sera utilisé (Kafle et Chen, 2016).

### I.7.1.2 DA en mode continu et ses différents réacteurs

En mode continu, le substrat est introduit continuellement dans le réacteur avec un débit de matière constant. Parallèlement, une quantité égale du digestat (produit de la DA) est soutirée du

réacteur aussi continuellement afin de conserver son volume utile. La vitesse de réaction est constante le long du procédé. Dans ce mode, le temps de séjour est un temps moyen qui peut être défini comme le rapport : volume du réacteur/débit d'alimentation. Le fonctionnement en mode continu est le plus courant à l'échelle industrielle et est idéal pour les installations de grandes tailles. Ce mode de fonctionnement est simple et adapté généralement au traitement des effluents fortement chargés en matières organiques (déchets agricoles, boues urbaines...).

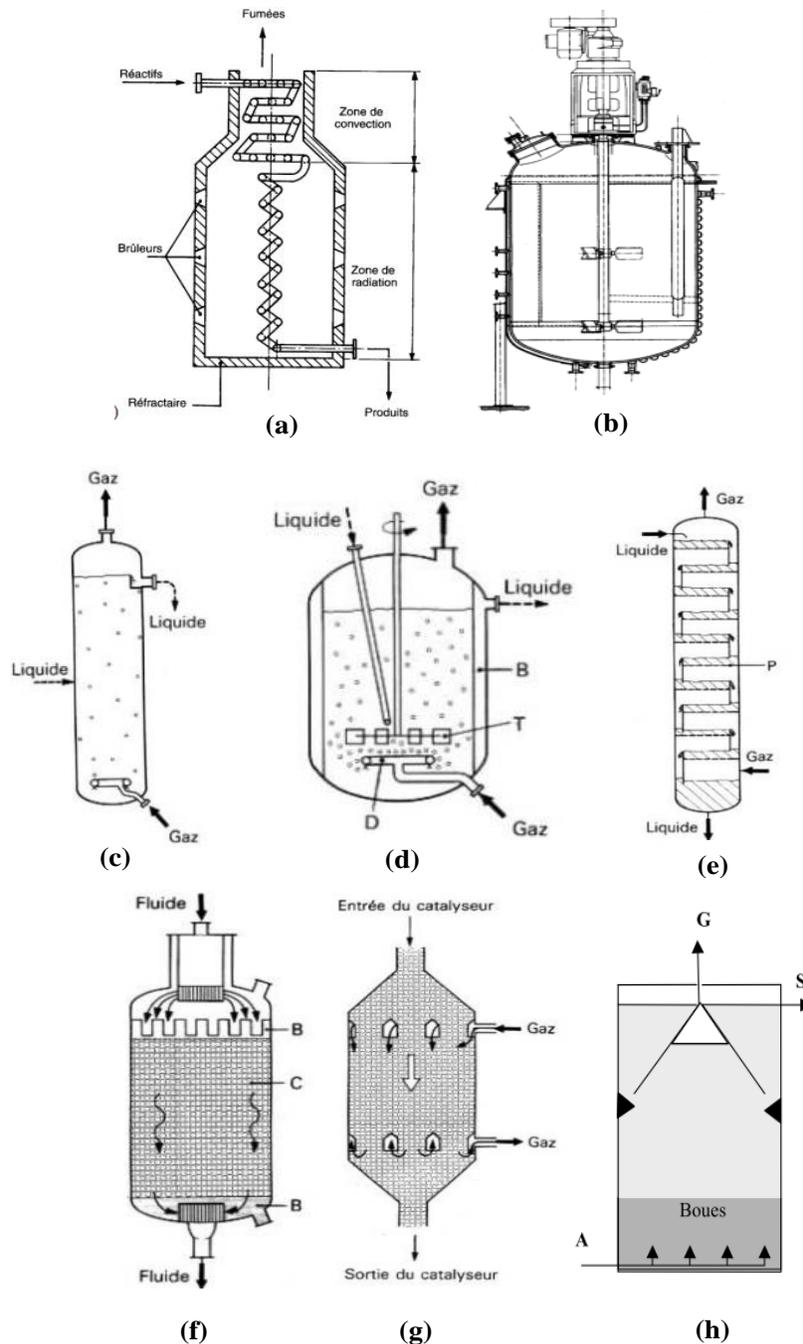
A l'inverse des réacteurs en mode discontinu, les bioréacteurs en continu, qualifiés de systèmes ouverts, sont dotés d'une ou plusieurs entrées pour introduire les réactifs, et d'une ou plusieurs sorties par lesquelles les produits de la transformation sont évacués (Trambouze, 1993). On peut distinguer différents types de réacteurs continus :

- **Les réacteurs monophasiques** où le milieu réactionnel est constitué par une seule phase, tel que le réacteur continu tubulaire et le réacteur continu parfaitement mélangé (CSTR, *continuous stirred tank reactor*). Le CSTR est le bioréacteur le plus généralement utilisé pour la production de biogaz en mode continu en raison de la simplicité de sa configuration, de son fonctionnement facile, de son agitation uniforme efficace et de son maintien correct de la température et du pH. Dans ces types de bioréacteurs, la population microbienne génératrice de biogaz est entièrement mise en circulation et en suspension avec le digestat mélangé dans le réacteur au moyen d'un agitateur. Ainsi, dans tout le volume du réacteur, nous avons des concentrations identiques et une température uniforme (mélange parfait) (Mao *et al.*, 2015 ; Saratale *et al.*, 2019 ; Gómez *et al.*, 2019). Toutefois, les CSTR présentent également certaines limites, telles qu'une sensibilité élevée à divers facteurs environnementaux, comme les fluctuations du pH et du TSH, et le traitement à un taux de dilution accru entraîne un lessivage de la biomasse, ce qui réduit le taux de production de biogaz (Trambouze, 1993 ; Saratale *et al.*, 2019). Au cas où le réacteur est alimenté par un intrant caractérisé par une matière sèche (MS) élevée, des problèmes de colmatage des pompes de laboratoire par les solides ou de la sédimentation des solides dans les tubes peuvent survenir. Dans ce cas le bioréacteur ne peut pas être alimenté en continu. Il sera alimenté périodiquement et nous

appelons ces configurations des CSAD (*continuous stirred anaerobic digestors*) (Usack *et al.*, 2012) (Figure I.9).

- **Les réacteurs à plusieurs phases** ou systèmes polyphasiques ou hétérogènes avec plusieurs combinaisons de matières (solides, liquides ou gaz), tel que les colonnes à bulles, les cuves agitées mécaniquement et les colonnes à plateaux (Trambouze, 1993) (Figure I.9).
- **Les réacteurs catalytiques** nécessitant la mise en œuvre des catalyseurs comme des biofilms, tel que les réacteurs à lit fixe FBPR, les réacteurs à lit mobile FBR et les réacteurs UASB (Trambouze, 1993 ; Saratale *et al.*, 2019) (Figure I.9).

Ajoutons que le procédé de DA peut avoir lieu dans des réacteurs en une seule étape ou à deux étapes. La majorité est effectuée dans des réacteurs dits « à une étape », où toutes les réactions se déroulent dans le même réacteur. Par contre, l'utilisation des réacteurs à deux étapes consiste à effectuer dans un premier réacteur les phases d'hydrolyse et d'acidogénèse et dans un second réacteur celles de l'acétogénèse et de la méthanogénèse dû aux différences dans les conditions optimales de croissance des bactéries acidogènes et des méthanogènes (Zahller *et al.*, 2007 ; Tomei *et al.*, 2016). Il est rapporté que le taux de croissance des bactéries acidogènes (presque 4 jours) est plus rapide que celle des méthanogènes (presque 10 jours) (Ghosh et Pohland, 1974 ; Moletta, 2015). Alors ces réacteurs à deux étapes sont avantageux dans le cas de surcharge organique ou en utilisant de substrats rapidement fermentescibles, facilement disparus lors de l'acidogénèse, tels que les sucres et autres.



**Figure I.9 :** (a) réacteur monophasique tubulaire, (b) réacteur monophasique CSTR, (c) réacteur à plusieurs phases avec colonnes à bulles, (d) réacteur à plusieurs phases avec cuve agitée mécaniquement, (e) réacteur à plusieurs phases avec colonnes à plateau, (f) réacteur catalytique à lit fixe, (g) réacteur catalytique à lit mobile et (h) réacteur catalytique UASB à flux ascendant. Avec, B : baffle dans (d) et billes inertes dans (f), T : turbines à six pales plates, D : distributeur de gaz, P : plateau distributeur, C : catalyseur, A : alimentation, S : sortie, G : gaz (Trambouze, 1993)

### I.7.1.3 DA en mode semi-continu

Dans ce mode d'opération, certains réactifs ou additifs sont ajoutés de façon successive et des produits sont prélevés à des intervalles de temps définis selon le besoin. Il consiste alors à appliquer, dans un digesteur, des cycles alternant le remplissage, la réaction et la vidange. Ce mode de fonctionnement appelé aussi mode fed-batch ou mode séquentiel (SBR, *Sequencing Batch Reactor*) est un mode hybride entre le continu et le batch dans lequel le chargement des réactifs ou la vidange des produits de la réaction se fait de façon discontinue. L'avantage est de conserver tout ou partie des micro-organismes dans le réacteur pour le cycle suivant. Ce mode est bien adapté aux petites installations de digestion anaérobie.

## I.7.2 *Paramètres opératoires durant la digestion anaérobie*

### I.7.2.1 Température

Comme tout processus biologique, la méthanisation est sensible à la température (Bernet, 2015). Les fluctuations de température affectent de façon importante la croissance microbienne et réduisent la production de biogaz de manière substantielle (Divya *et al.*, 2015). Il existe trois types de digestion anaérobie : la digestion psychrophile (5 à 20 °C), la digestion mésophile (20 à 45 °C) et la digestion thermophile (45 à 60 °C). Plusieurs études ont évalué l'effet de la température sur la digestion anaérobie montrant que la méthanisation a lieu préférentiellement sur les gammes de température mésophile (35 à 40 °C) ou thermophile (55 °C) (Choo-Kun *et al.*, 2015 ; Bernet, 2015 ; Divya *et al.*, 2015).

En ce qui concerne la digestion anaérobie des déchets aviaires très riches en protéines et en lipides, il est très important d'utiliser une température adéquate pour obtenir un rendement de méthane optimal et éviter les problèmes d'inhibition. Une étude effectuée sur différents déchets d'abattoirs, a signalé que l'augmentation de la température a causé une instabilité du processus due à l'accumulation de l'ammoniac, des AGVs et des AGLC (acides gras à longues chaînes) engendrant une diminution du rendement de méthane et une inhibition du processus (Bayr *et al.*, 2012). Alors la fermentation des déchets à forte teneur en ammoniac est plus sujette à l'inhibition aux températures thermophiles qu'aux températures mésophiles (Rajagopal *et al.*, 2013 ; Jiang *et al.*, 2019 ; Chuenchart *et al.*, 2020). Toutefois, il ne faut pas oublier la capacité du processus thermophile (50 °C) de la destruction totale des pathogènes par comparaison à des températures mésophiles où la destruction est partielle (Salminen et Rintala, 2002a ; Jiang *et al.*, 2019). Malgré

cet avantage, il est préférable d'appliquer une DA des déchets aviaires à température mésophile pour éviter tous les effets négatifs de la température élevée et pour réduire les coûts énergétiques élevés du processus thermophile (Kafle et Chen, 2016 ; Wang *et al.*, 2016b ; Böjti *et al.*, 2017 ; Meegoda *et al.*, 2018 ; Latifi *et al.*, 2019).

### I.7.2.2 TSH

Le temps de séjour hydraulique ou temps de rétention hydraulique (TSH) est un paramètre clé dans les processus de production de biogaz. Il correspond au temps nécessaire pour que les microorganismes anaérobies dégradent les composés biodégradables avec un rendement satisfaisant. Il est calculé en divisant le volume utile du digesteur par le volume de digestat extrait (volume d'alimentation). Ce paramètre doit être au moins 12 jours afin de faciliter la multiplication des micro-organismes sinon les micro-organismes seront lavés du réacteur et la production de méthane s'arrêtera (Gashaw, 2014). Le TSH influence à la fois la stabilité de l'opération de digestion anaérobie (DA), la production de biogaz, la concentration de biomasse et les paramètres du modèle cinétique (Zhang *et al.*, 2017). Le choix du TSH dépend de la difficulté à digérer le substrat par les micro-organismes. Selon la littérature, le TSH de la DA des déchets aviaires varie entre 12 et 40 jours selon la nature des déchets et selon la charge organique appliquée (COA) dans le digesteur (Salminen et Rintala, 2002a ; Kafle et Chen, 2016 ; Mahdy *et al.*, 2020). Ainsi un TSH de 30 jours est généralement utilisé ce qui correspond au cas de nombreux déchets agro-industriels riches en lipides et en protéines (Kafle et Kim, 2013 ; Ruffino *et al.*, 2015).

Autrement, le TSH est fortement influencé par la température et par la charge organique appliquée (COA). Un système à température mésophile a besoin d'un temps de rétention de 10 à 40 jours alors que la température thermophile nécessite un temps de rétention de seulement 14 jours (Divya *et al.*, 2015).

### I.7.2.3 COA

La charge organique appliquée COA représente la quantité de substrat (biomasse) introduite dans le réacteur et est généralement exprimée en termes de demande chimique en oxygène  $\text{kgDCO}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{jour}^{-1}$ , en matières volatiles (MV)  $\text{kgMV}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{jour}^{-1}$  ou en matières sèches  $\text{kgMS}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{jour}^{-1}$ . Ce paramètre influence la communauté microbienne impliquée dans le processus et, par conséquent, le rendement en biogaz. Pour maximiser la production de biogaz tout en maintenant la stabilité du réacteur, la charge organique est comprise entre 0,25 et 3  $\text{kg DCO}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{j}^{-1}$

(Rajeshwari *et al.*, 2000). L'application d'une charge organique favorable favorise la croissance des micro-organismes et augmente la production de biogaz mais en dépassant la gamme favorable, une pression sera exercée sur les micro-organismes provoquant des déséquilibres entre les quatre stades de la DA, par la suite une acidification irréversible ainsi qu'une inhibition du processus due à l'accumulation d'AGV (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019 ; Sawyerr *et al.*, 2019).

Il existe une relation entre COA et TSH : ces deux facteurs sont complémentaires. La majorité des études sont effectuées sur l'accélération de la réaction avec augmentation de la COA pour dégrader le maximum de déchets en un temps minimum. Mais certains obstacles vont faire face à cette application. Des études effectuées sur les déchets d'abattoirs aviaires montrent que l'utilisation d'un faible TSH avec une COA élevée va engendrer l'accumulation des AGV, des AGLC et de FAN entraînant par la suite l'inhibition du processus (Cuetos *et al.*, 2008 ; Salminen et Rintala, 2002b). Par la suite, il est plus conseillé d'utiliser une faible COA avec un TSH élevé pour une DA des substrats riches en azote puisque ces conditions permettent aux bactéries adaptatives tolérantes à l'ammoniac de travailler plus efficacement et de fournir davantage de substrats méthanogènes (acétate et hydrogène) pour la méthanogenèse (Mahdy *et al.*, 2020).

#### I.7.2.4 pH

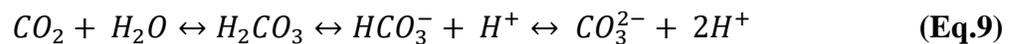
Le pH est un indicateur critique dans la digestion anaérobie concernant la performance et la stabilité du système. Selon différentes études antérieures, la valeur du pH doit être maintenue entre 6,5 et 8,5 pour une dégradation optimale du substrat (Moletta, 2015 ; Li *et al.*, 2019). Il est impératif de maintenir le pH optimal à chaque étape de la DA, car sa fluctuation peut aboutir à l'arrêt du processus.

L'accumulation d'acides organiques (AGV) lors des étapes d'acidogenèse et d'acétogenèse conduirait à un pH au-dessous de 5 ce qui pourrait nuire à la croissance des bactéries et diminuer la production de méthane (Divya *et al.*, 2015 ; Sawyerr *et al.*, 2019). Plus précisément cela conduirait à l'inhibition des espèces méthanogènes, ce qui impliquerait une acidification et l'arrêt du réacteur. Pour éviter ces problèmes, il faudrait réduire la charge organique appliquée et maintenir un haut niveau d'alcalinité dans le réacteur ainsi qu'un pH constant, par l'ajout de tampons d'équilibre tels que le carbonate de calcium ou la chaux (Sawyerr *et al.*, 2019 ; Frédéric et Lugardon, 2007).

Dans certains cas, l'accumulation d'ammoniac pendant la méthanogenèse aboutirait à une augmentation du pH au-delà de 8,5 engendrant une inhibition des archées méthanogènes et finalement une inhibition du processus (Divya *et al.*, 2015). En réponse, on pourrait ajouter des acides externes pour influencer l'équilibre chimique entre  $\text{NH}_3$  et  $\text{NH}_4^+$  (Fotidis *et al.*, 2012). De plus, notons que l'accumulation de l'ammoniac s'accompagne en général d'une accumulation évidente d'AGV et d'une diminution du pH ; les méthanogènes étant largement plus sensibles à l'ammoniac que les acidogènes (Meng *et al.*, 2018).

Ainsi, un effet tampon est nécessaire pour la DA afin de maintenir un pH approprié pour la production de méthane. Les résultats de l'étude effectuée par Meng *et al.*, 2018 ont indiqué que la libération rapide d'ammoniac ( $3,5 - 6,6 \text{ g-N}\cdot\text{L}^{-1}$ ) neutralisait considérablement les acides gras volatils accumulés (AGV) ( $21,4 - 32,5 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) pour empêcher un pH inférieur à 6,4 (Meng *et al.*, 2018).

Il existe deux systèmes tampons naturels dans les digesteurs, qui assurent la maintenance de la valeur du pH dans la plage neutre. Le premier système tampon naturel est un équilibre entre acide carbonique / bicarbonate / carbonate qui empêche la réduction du pH oscillant autour de 6,5 (**Eq.9**) :



Un autre système tampon est l'équilibre ammoniac / ammonium qui empêche des valeurs de pH trop élevées et fournit un équilibre autour de la valeur de 10 de pH (**Eq.10 et 11**).



Cependant, ces systèmes tampons peuvent être affectés par une COA trop élevée, une réduction de la température ou une alimentation avec des matières premières hautement dégradables (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019).

#### I.7.2.5 Alcalinité (TAC)

L'alcalinité (TAC, Titre Alcalimétrique Complet) mesure le pouvoir tampon dans un digesteur anaérobie ainsi que sa capacité à maintenir un pH stable. Elle dépend de la concentration en bicarbonate ( $\text{HCO}_3^-$ ), en AGV et parfois en ammonium lorsque l'effluent à traiter est riche en

azote. Les alcalinités partielles (pH final = 5,75) et finales (pH final = 4,3) sont mesurées par titrage d'un échantillon à l'acide chlorhydrique. Ce paramètre, lié principalement à la présence de CO<sub>2</sub> dissous nécessaire pour la croissance des bactéries autotrophes, doit être maintenu au-dessus de 2 g eq. CaCO<sub>3</sub>·L<sup>-1</sup> pour éviter des chutes drastiques de pH (Moletta, 2015).

#### I.7.2.6 Acides gras volatils (FOS)

Les acides gras volatils (AGV) sont les intermédiaires les plus importants de la digestion anaérobie. Leur accumulation dans le digesteur s'accompagne d'une baisse de pH et d'une augmentation de la concentration en hydrogène engendrant ainsi un dysfonctionnement de la méthanisation suite à une inhibition de la phase de méthanogénèse. La concentration en acides volatils (AVT, Acidité Volatile Totale ou FOS « *Flüchtige Organische Säure* » en Allemand ou *Free Organic Acids*), doit être inférieure à 2 g eq. CH<sub>3</sub>COOH·L<sup>-1</sup> afin d'empêcher une inhibition des archées méthanogènes (Yadvika *et al.*, 2004).

L'un des critères permettant de confirmer la stabilité des bioréacteurs anaérobies est le rapport FOS/TAC calculé à partir de l'acidité/l'alcalinité. Il doit être inférieur à 0,4 (Callaghan *et al.*, 2002).

#### I.7.2.7 Nutriments

L'insuffisance des substrats en nutriments peut provoquer l'instabilité du processus et affaiblir les rendements en méthane (Sawyerr *et al.*, 2019). Certains micronutriments et macronutriments sont nécessaires à la survie et à la croissance des micro-organismes impliqués dans la DA. Les macronutriments comprennent le carbone, l'azote, le phosphore et le soufre. Le rapport C/N dans la plage de 16–25/1 est recommandé (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019). Divya *et al.*, en 2015 ont reflété qu'un rapport C/N optimal doit être dans la plage de 10 à 35 pour couvrir les besoins énergétiques prévisibles (Divya *et al.*, 2015).

Les micronutriments ou oligo-éléments, y compris le fer, le cobalt, le nickel, le zinc, le sélénium, le tungstène, le magnésium, le chrome et le molybdène sont nécessaires à très faibles concentrations pour la survie des micro-organismes. Les micronutriments sont en fait les éléments constitutifs de la croissance des micro-organismes et sont impliqués dans l'activité enzymatique et les réactions biochimiques. Selon la voie méthanogène, diverses métalloenzymes sont impliquées dans le processus de DA, et par conséquent différents micronutriments sont nécessaires. Généralement, la supplémentation en micronutriments peut améliorer les performances de la DA

mais la supplémentation de la bonne combinaison de multi-micronutriments est encore plus bénéfique. Une étude effectuée sur l'effet de la supplémentation des oligoéléments et surtout le sélénium (Se) sur la digestion anaérobie de fumier de volaille implique que la supplémentation en oligo-éléments dans un digesteur à un taux de charge modéré ( $0,2 \text{ g}\cdot\text{m}^{-3}$ ) et avec une concentration de TAN extrêmement élevée (supérieure à  $7200 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) améliore le rendement de méthane en stimulant l'oxydation syntrophique de l'acétate (SAO) suivie de la méthanogenèse hydrogénotrophe (Molaey *et al.*, 2018). D'un autre côté, des concentrations élevées de micronutriments peuvent inhiber le processus de la DA (Choong *et al.*, 2016 ; Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019).

#### I.7.2.8 Inoculum

Le processus de digestion anaérobie est aussi affecté par la qualité et la quantité d'inoculum injecté. La quantité d'inoculum affecte la phase de démarrage de la DA alors que l'origine de l'inoculum est l'une des variables les plus importantes car elle détermine l'activité initiale des micro-organismes utilisés pour le test. Une bonne source d'inoculum améliore le taux de biodégradation, raccourcit le temps de digestion des déchets organiques et stabilise le processus. Demichelis *et al.*, 2022 ont étudié l'effet de deux différents inocula (le digestat mésophile du traitement d'eaux usées-boues activées et le digestat mésophile de boues d'élevage de vaches) sur la DA de la fraction organique des déchets solides municipaux à différents rapports S/I et à différents temps d'incubation. Ils ont prouvé que la DA réalisée avec un inoculum de boues d'élevage de vaches incubée pendant 10 jours à un rapport substrat/inoculum de 2:1 atteignait le rendement le plus élevé en biogaz et en méthane (Gu *et al.*, 2014 ; Demichelis *et al.*, 2022 ). Ces derniers ont également testé l'importance de l'origine de l'inoculum au cours du processus de digestion anaérobie ; ils ont déclaré que les performances les plus élevées étaient obtenues avec des fumiers digérés (fumier de vaches laitières suivi de fumiers de porcs et de poulets) par rapport à celles obtenues avec des boues digérées. Ce résultat est dû à la dégradation plus importante de la lignocellulose observée avec les inocula de fumiers digérés qui contiennent des activités cellulase et xylanase plus élevées et suffisamment de macro et micro-nutriments (Gu *et al.*, 2014). Alors un inoculum peut fournir des archées méthanogènes ainsi que des sources de nutriments supplémentaires, comme les digestats d'un projet anaérobie mature, renforçant par la suite la dégradation de la matière organique (Elbeshbishy *et al.*, 2012 ; Rajput *et al.*, 2019). Il est démontré que l'inoculum le plus approprié est la boue acclimatée au substrat et aux conditions du même

procédé (Kong *et al.*, 2016). Pour améliorer la production de biogaz, la combinaison de plusieurs inoculum pourrait être une méthode efficace (Gaur et Suthar 2017).

#### I.7.2.9 Ratio S/I

Le rapport S/I peut être exprimé comme la quantité de matières volatiles (MV) dans le substrat ou la quantité de matières volatiles en suspension (MVS) provenant de l'inoculum (Yoon *et al.*, 2014b). Le rapport S/I optimal dépend du substrat testé (Caillet *et al.*, 2019). Théoriquement, le rapport S/I n'affecte que la cinétique de production de méthane et non son rendement final, qui ne dépend que de la teneur en matière organique. Cependant, il a été largement rapporté qu'un ratio S/I trop élevé pourrait empêcher l'induction enzymatique de la biodégradation, alors qu'un ratio trop faible pourrait être toxique pour les microorganismes (Neves *et al.*, 2004 ; Liu *et al.*, 2009). En effet, Kawai *et al.*, 2014, ont observé que le rapport S/I inférieur à 1:3 permettait d'obtenir une DA stable et que le rapport S/I = 1:2 pouvait également être appliqué car il présentait un bon compromis entre le volume de l'inoculum et celui du substrat organique contenu dans le réacteur, minimisant ainsi la dégradation rapide du substrat et garantissant le bon démarrage de la DA (Kawai *et al.*, 2014). Dans une étude concernant la DA en mode batch de différents déchets tels que le fumier de poulet, le ratio S/I utilisé était proche de 0,6 (Mouftahi *et al.*, 2021). Quant à Latifi *et al.*, 2019, ils ont déterminé un rapport S/I de 0,25 comme paramètre optimal pour la DA en mode batch de déchets de volailles, (Latifi *et al.*, 2019). Ce résultat est en accord avec d'autres observations stipulant que pour un substrat facilement dégradé, où une accumulation rapide d'intermédiaires inhibiteurs est observée, un rapport S/I supérieur ou égal à 0,25 doit être appliqué ; et que pour les substrats moins dégradables, tels que la matière organique lignocellulosique, un rapport S/I inférieur ou égal à 1 peut être appliqué (Holliger *et al.*, 2016 ; Caillet *et al.*, 2019).

#### I.7.2.10 Agitation

Il est démontré qu'une agitation homogène tout au long du processus rend le digesteur plus stable, augmentant le pourcentage de dégradation et le rendement en CH<sub>4</sub>. En fait, l'agitation favorise le contact entre le substrat et les microorganismes apportant ainsi un environnement homogène et une utilisation efficace de tout le volume du digesteur. Ceci est réalisé en minimisant les zones mortes hydrauliques dans le digesteur et en empêchant l'accumulation de conditions environnementales défavorables (pH bas et AGV élevé). Par conséquent, la concentration d'agents toxiques dans tout le réacteur est diluée. Le mélange aide également à éliminer l'excès de CO<sub>2</sub> qui

a des effets inhibiteurs à des pressions partielles supérieures à 0,2 atmosphère (Sawyer *et al.*, 2019). Cependant, un manque d'agitation empêche l'apport des nutriments aux micro-organismes, réduit l'élimination des produits métaboliques (notamment la couche de blocage H<sub>2</sub>), provoque la formation de mousse et perturbe le gradient de température (Divya *et al.*, 2015 ; Guillaume et Lendormi, 2015). En plus, une agitation incorrecte peut perturber la symbiose des micro-organismes acétogènes et méthanogènes, détruire les cellules microbiennes et rendre le processus trop coûteux (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019).

#### I.7.2.11 Granulométrie

La granulométrie est également un paramètre important durant le processus de digestion anaérobie. Il faudrait garantir une taille adéquate des particules du substrat pour avoir une optimisation parfaite du processus (Divya *et al.*, 2015). Il a été démontré que la réduction de la taille des particules des déchets alimentaires fournit une plus grande surface disponible pour l'adsorption initiale des enzymes, facilitant le processus de dégradation et améliorant la production de biogaz (Hills et Nakano 1984 ; Palmowski et Müller 2000 ; Agyeman et Tao 2014). Mais, d'autre part, une fragmentation trop sévère des déchets alimentaires pourrait entraîner une accumulation d'AGV et, par conséquent, diminuer les rendements en méthane (Izumi *et al.*, 2010). De plus, des particules trop fines provoqueraient respectivement un moussage grave et une défaillance du processus dans les digesteurs humides et secs (Zhang et Banks, 2013). Alors il est important de choisir un équipement de broyage approprié responsable, entre autres, de la réussite ou de l'échec du procédé (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019).

#### I.7.2.12 Concentration d'hydrogène

L'hydrogène en concentration bien équilibrée est nécessaire pour l'étape de méthanogenèse et pour les performances naturelles du processus. Mais son accumulation peut inhiber l'étape d'acétogenèse. Ainsi pour la réussite de la DA, les micro-organismes acétogènes et méthanogènes doivent être en étroite symbiose pour équilibrer la concentration d'hydrogène (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019).

### I.7.3 Démarrage des digesteurs anaérobies

La phase de démarrage du digesteur est souvent longue et difficile. Elle comprend deux étapes : l'inoculation et la montée en charge.

L'inoculation consiste à introduire dans le réacteur une flore microbienne adaptée et efficace afin d'obtenir une dégradation optimale de la matière organique. L'idéal est d'utiliser un inoculum provenant d'un réacteur traitant le même type d'intrants et dans les mêmes conditions, en particulier la température (Moletta, 2015). L'utilisation de boues anaérobies de stations urbaines à haute diversité microbienne est souvent préconisée par les chercheurs (Cresson, 2006).

La montée en charge suit l'étape d'inoculation et s'achève lorsque le digesteur atteint sa charge organique nominale et une stabilité. Une montée trop rapide entraîne une surcharge organique provoquant l'arrêt du processus, tandis qu'une montée trop lente se traduit par une faible croissance des microorganismes et une durée de démarrage très longue (Cresson, 2006 ; Moletta, 2015). La montée en charge s'exerce de deux façons : la première est fondée sur une augmentation par paliers de la charge appliquée en fonction du rendement de biogaz obtenu. Cette stratégie est souvent accompagnée d'une montée en charge par paliers de 5 à 30 % par rapport à la charge précédente, lorsque le rendement en biogaz atteint 80 % et plus du rendement précédent. La deuxième s'effectue selon la stratégie basée sur une augmentation exponentielle de la charge organique par accroissement de la concentration de l'alimentation mais en maintenant un TSH constant. Cette technique de montée en charge est plus rapide que la première, mais elle est plus risquée en raison d'une accumulation plus importante des AGV et nécessite une surveillance plus étroite que la première méthode.

Au total, le démarrage doit se dérouler dans des conditions bien maîtrisées afin de maintenir l'équilibre complexe entre les différentes populations microbiennes et obtenir par la suite un système stable et robuste (Weiland et Rozzi, 1991). La période de démarrage varie entre 2 et 12 mois en fonction de la charge organique et des conditions opératoires (Bull *et al.*, 1983 ; Lauwers *et al.*, 1989 ; Puñal *et al.*, 2000). La réduction de cette période semble nécessaire pour augmenter la compétitivité de ces digesteurs.

## **I.8 Les inhibiteurs de la méthanisation**

L'un des problèmes majeurs rencontrés lors de la digestion anaérobie est l'inhibition de l'activité bactérienne et l'arrêt du processus. Ceci est souvent dû à des concentrations non tolérées de molécules inhibitrices, apportées dans l'effluent d'entrée ou générées par le processus de méthanisation lui-même. (Frédéric et Lugardon, 2007).

Les inhibiteurs les plus rencontrés durant la méthanisation sont l'ammoniac et les AGV.

### I.8.1 L'ammoniac

L'ammoniac est le produit final de la digestion anaérobie des protéines, de l'urée et des acides nucléiques (Rajagopal *et al.*, 2013) et est considéré comme l'une des substances toxiques les plus couramment rencontrées lors du traitement anaérobie des déchets riches en protéines (Calli *et al.*, 2005 ; Rodriguez-Verde *et al.*, 2018). Bien qu'il s'agisse d'un tampon important dans le processus et d'un nutriment essentiel pour les micro-organismes à de faibles concentrations (Molaey *et al.*, 2018), l'augmentation de ces dernières peut être une cause majeure d'une mauvaise stabilité opérationnelle en provoquant une diminution importante des activités microbiennes (Rajagopal *et al.*, 2013) limitant ainsi le processus de DA (Calli *et al.*, 2005).

Généralement, l'azote présent en grande quantité va s'accumuler sous forme d'ammoniac ce qui inhibe le métabolisme des méthanogènes en raison de sa toxicité (Li *et al.*, 2019a). Ce phénomène est appelé dépassement alcalin et se traduit par une augmentation anormale du pH (> 8) et une chute du rendement épuratoire (Frédéric et Lugardon, 2007 ; Rajagopal *et al.*, 2013 ; Jiang *et al.*, 2019).

Les déchets aviaires contiennent une proportion élevée de matière organique biodégradable ce qui les rend un substrat attrayant pour la DA (Farrow *et al.*, 2017). Cependant, la concentration élevée en protéines et en acide uriques dans les fientes de volailles et les déchets d'abattoirs limite l'efficacité de la DA respective (Salminen et Rintala, 2002a ; Cuetos *et al.*, 2010 ; Bres *et al.*, 2018 ; Bi *et al.*, 2020a). La dégradation des protéines produit de l'azote ammoniacal total (TAN) qui existe sous deux formes en conditions aqueuses (**Eq.12**) : comme ion ammonium ionisé ( $\text{NH}_4^+$ ) stable dans la phase aqueuse, et sous forme gazeuse comme l'ammoniac libre ( $\text{NH}_3$  ou FAN, *Free Ammonia Nitrogen*) (Rajagopal *et al.*, 2013 ; Purwono *et al.*, 2017 ; Jiang *et al.*, 2019) :



#### I.8.1.1 Concentrations inhibitrices par le TAN

La situation instable produite durant le processus est causée par des concentrations de TAN comprises entre 1500-7000  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  (1,5-7  $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) (Jiang *et al.*, 2019). La largeur de cette gamme est probablement due aux différences de nature des substrats, des inocula, des conditions

environnementales (température, pH) et des périodes d'acclimatation (Rajagopal *et al.*, 2013). Plusieurs auteurs ont rapporté que l'inhibition par le TAN aura lieu à des concentrations supérieures à  $3 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  (Krylova *et al.*, 1997 ; Calli *et al.*, 2005 ; Abouelenien *et al.*, 2010 ; Bayrakdar *et al.*, 2017b ; Bi *et al.*, 2020b).

Alors pour minimiser l'inhibition par l'ammoniac total lors de la digestion anaérobie du fumier de poulet, la concentration totale de solides dans l'alimentation devrait être  $\leq 10 \%$  (Bi *et al.*, 2020b). Au cas où elle serait plus élevée (au moins 25 %) une dilution devrait être appliquée avant la DA avec une quantité minimale d'eau pour une stabilité accrue du processus (Pechan *et al.*, 1987).

### I.8.1.2 Inhibition par le FAN

L'effet inhibiteur de l'ammoniac est non seulement lié à la concentration de TAN mais aussi à celle de FAN qui est considéré comme la principale cause d'inhibition de la microflore méthanogène (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019). Les molécules de  $\text{NH}_3$  ou FAN diffusent librement dans les cellules des microbes, ce qui provoquerait un déséquilibre des protons en perturbant l'équilibre  $\text{H}^+$  et  $\text{K}^+$  et par la suite la fonction cellulaire (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019). Cela engendre une augmentation des besoins énergétiques, une modification du pH intracellulaire et une inhibition des réactions enzymatiques spécifiques Cette inhibition se fait à des concentrations de FAN supérieures à  $100 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  (Bujoczek *et al.*, 2000 ; Bayrakdar *et al.*, 2017a ; Sawyerr *et al.*, 2019).

La concentration de  $\text{NH}_3$  libre dépend principalement de trois paramètres : la température, le pH et la concentration totale d'ammoniac (TAN). Une augmentation du pH, de la température et du TAN va engendrer l'augmentation du FAN ce qui entraîne une toxicité accrue sur le processus de DA (Chen *et al.*, 2008 ; Rajagopal *et al.*, 2013 ; Wang *et al.*, 2016 ; Farrow *et al.*, 2017 ; Bres *et al.*, 2018 ; Jiang *et al.*, 2019). Ainsi, pour calculer la fraction relative d'azote ammoniacal libre (FAN) par rapport à la concentration totale d'azote ammoniacal on utilise l'équation qui montre sa relation avec le pH et la température de la solution (Fotidis *et al.*, 2012 ; Farrow *et al.*, 2017 ; Tian *et al.*, 2017 ; Zhang *et al.*, 2017 ; Bres *et al.*, 2018 ; Jiang *et al.*, 2019 ; Bi *et al.*, 2020b ; Mahdy *et al.*, 2020). Il existe différentes formes de cette équation, nous citons la suivante (Eq.13) :

$$FAN = \frac{TAN}{1 + 10^{(pKa-pH)}} \quad (\text{Eq.13})$$

Avec  $pKa = 0,09018 + \frac{2729,92}{T+273,15}$  et T en °C (Zhang *et al.*, 2017).

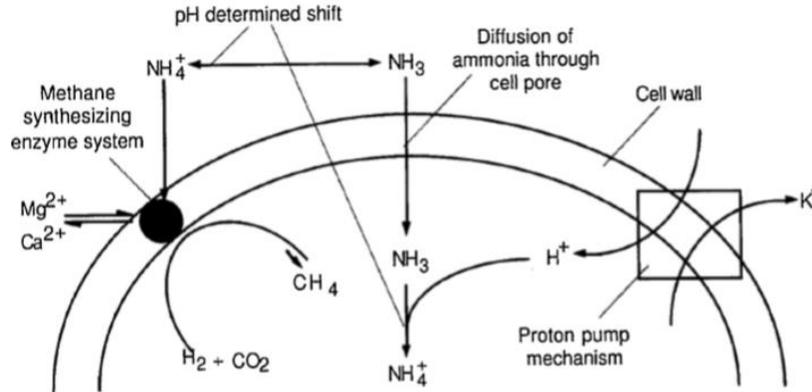
### I.8.1.3 Effet de l'ammoniac sur la communauté bactérienne

Comme déjà signalé, les effets inhibiteurs de l'ammoniac influencent principalement la phase de méthanogenèse dans les réacteurs anaérobies ce qui la rend une étape limitante du processus global (Tian *et al.*, 2017). Dans cette phase il existe deux types de bactéries qui génèrent le méthane soit les acétoclastiques soit les hydrogénotrophes ou leur partenaire syntopique qui sont les bactéries syntrophes oxydant l'acétate (SAO) et produisant H<sub>2</sub> et CO<sub>2</sub> ou l'ion formiate (ou ion méthanoate). Certaines études ont montré que les espèces acétoclastiques semblent être plus sensibles que celles utilisant l'hydrogène à l'augmentation des concentrations d'ammoniac (Calli *et al.*, 2005 ; Rajagopal *et al.*, 2013 ; Mahdy *et al.*, 2020). Wiegant *et al.*, 1986 ont observé dans leur étude une dominance des méthanogènes hydrogénotrophes lorsque la concentration en ammoniac a dépassé 3 g·L<sup>-1</sup> dans le processus de DA (Wiegant et Zeeman 1986). De même, dans l'étude effectuée par Mahdy *et al.*, 2020 les espèces hydrogénotrophes telles que *Methanobacterium*, *Methanoculleus* et *Methanocorpusculum* étaient les plus dominantes dans le réacteur en présence de concentrations élevées de TAN. Cet auteur a décrit aussi l'influence du TSH sur la présence des méthanogènes. Il a signalé que pour un TSH de 40 jours, la production de méthane à partir d'un substrat riche en azote se fait principalement par la voie hydrogénotrophe couplée à la voie syntrophique étant donné que les bactéries hydrogénotrophes (les *Methanoculleus* hydrogénotrophe) et celle oxydant l'acétate (SAO) qui ont un temps de doublement dépassant 25 jours, tolèrent un niveau élevé de TAN , (Mahdy *et al.*, 2020). Mais à un faible TSH, les *Méthanosarcina* acétoclastiques, tolérantes à des concentrations élevées de TAN, sont les plus dominantes grâce à leur temps de doublement court (Wiegant et Zeeman 1986 ; Karakashev *et al.*, 2005 ; Rajagopal *et al.*, 2013 ; Mahdy *et al.*, 2020).

Pour l'amélioration du processus, l'adaptation du consortium microbien à des concentrations élevées d'ammoniac permet la sélection des bactéries résistantes ce qui favoriserait leur activité en atténuant l'inhibition par l'ammoniac (Calli *et al.*, 2005 ; Fotidis *et al.*, 2012).

### I.8.1.4 Le mécanisme d'inhibition

Kayhanian a décrit le mécanisme de la toxicité de l'ammoniac dans les méthanogènes de la façon suivante (Figure I.10) (Kayhanian, 1999) :



**Figure I.10 : Mécanisme d'inhibition de l'ammoniaque chez les archées méthanogènes (Kayhanian, 1999)**

⇒ Lorsque le  $\text{NH}_3$  libre pénètre dans la cellule, il provoque un changement de pH intracellulaire en raison de sa conversion en ammonium ( $\text{NH}_4^+$ ), tout en absorbant les protons dans le processus. Alors les cellules doivent consommer plus d'énergie en utilisant une pompe à potassium ( $\text{K}^+$ ) pour équilibrer les protons et maintenir le pH intracellulaire. Mais, lorsque la cellule est exposée à un niveau élevé d'ammoniac et que la pompe  $\text{K}^+$  n'arrive plus à suivre les accumulations intracellulaires de  $\text{NH}_4^+$ , le pH à l'intérieur de la cellule ne peut pas être maintenu, ce qui provoque l'inhibition de réactions enzymatiques spécifiques suivie d'une cytotoxicité (Kayhanian, 1999 ; Rajagopal *et al.*, 2013 ; Jiang *et al.*, 2019 ; Li *et al.*, 2019).

### I.8.2 Les AGV

Les acides gras volatils (AGV) sont des acides gras à chaîne courte composés au moins de 2 à 8 atomes de carbone tels que l'acide acétique, l'acide propionique, l'acide butyrique, etc (Kuruti *et al.*, 2017). Comme on l'a vu précédemment, ils sont des intermédiaires réactionnels de la méthanisation résultant de la phase d'acidogénèse.

En tant que produits intermédiaires de la DA, les AGV constituent le système tampon ternaire de pH (ammoniac-carbonates-AGV endogènes) et jouent ainsi un rôle essentiel dans le maintien de la stabilité du processus (Meng *et al.*, 2018).

Quand le taux de consommation d'AGV devient inférieur à celui de sa production, l'accumulation de ces intermédiaires dans le système cause l'acidification du processus en diminuant le pH et arrêtant la production de méthane (Capson-Tojo *et al.*, 2017 ; Li *et al.*, 2019).

L'accumulation des AGV est influencée par plusieurs facteurs tels que la température, la taille des particules et la disponibilité en oligoéléments (Hejnfelt et Angelidaki, 2009 ; Komemoto *et al.*, 2009 ; Izumi *et al.*, 2010 ; Fotidis *et al.*, 2012 ; Choong *et al.*, 2016).

#### I.8.2.1 Causes d'accumulation des AGV

Deux raisons expliquent l'inhibition par accumulation des AGV :

- La surcharge organique (COA élevée) appliquée au digesteur lors du démarrage du processus cause une accumulation d'AGV qui ne sont pas consommés par les méthanogènes au même rythme de leur production par les acidogènes entraînant ainsi une diminution de pH et de la production de gaz (Calli *et al.*, 2005 ; Sawyerr *et al.*, 2019).
- L'accumulation des AGV peut s'effectuer dû à des taux élevés d'ammoniac qui causent l'instabilité du processus. Mais cela est aussi en relation étroite avec les COA élevées qui restent la principale cause d'inhibition de la DA par les AGV. Une concentration élevée de TAN provoque l'inhibition des archées acétoclastiques engendrant par la suite l'accumulation de l'acide acétique et propionique, qui, à leur tour vont inhiber leur oxydation syntrophique par rétroaction négative (Capson-Tojo *et al.*, 2017). Plusieurs auteurs ont rapporté dans leurs études une accumulation d'AGV causée par des concentrations élevées d'ammoniac (Niu *et al.*, 2013a ; Niu *et al.*, 2013b ; Zhang *et al.*, 2017 ; Meng *et al.*, 2018 ; Mahdy *et al.*, 2020).

#### I.8.2.2 Concentrations inhibitrices

Le processus d'inhibition par les AGV est appelé acidification et il induit une diminution du pH et un arrêt de la digestion anaérobie à partir de  $3 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  environ d'acide propionique (Dogan *et al.*, 2005 ; Cuetos *et al.*, 2010 ; Fotidis *et al.*, 2012).

### I.8.3 Autres inhibiteurs

#### I.8.3.1 AGLC (acides gras à longues chaînes)

Les lipides, abondants dans les abattoirs, les raffineries d'huile/graisse comestibles et les eaux usées sont potentiellement intéressants pour la production de biogaz en raison de leur rendement théorique élevé en méthane (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019). Mais ils peuvent causer des problèmes durant le processus de DA puisque les graisses neutres sont facilement hydrolysées

en acides gras à longue chaîne (AGLC) tels que l'acide oléique, l'acide palmitoléique et l'acide linoléique qui auraient un effet toxique aigu sur les micro-organismes impliqués dans la  $\beta$ -oxydation et les voies méthanogènes (Pereira *et al.*, 2004).

En plus les bactéries oxydantes des AGLC sont à croissance lente (taux de croissance de 0,1 à 0,3 j<sup>-1</sup>) et puisque les AGLC sont des substrats syntrophiques tels que les AGV, leur dégradation microbienne anaérobie est limitée par une pression partielle élevée en hydrogène (H<sub>2</sub>). Ce dernier est produit en plusieurs étapes dans la dégradation anaérobie de substrats organiques complexes et est éliminé du processus principalement par des archées méthanogènes consommatrices d'hydrogène et certaines bactéries acétogènes. Pour ces raisons-là, la dégradation du AGLC ( $\beta$ -oxydation) est considérée comme une étape limitante du processus de digestion anaérobie des substrats organiques complexes (Salminen et Rintala, 2002a,b).

Des concentrations d'AGLC comprises entre 1000 et 5000 mgDCO/gMV causent la diminution de l'activité spécifique des méthanogènes (Pereira *et al.*, 2004 ; Cuetos *et al.*, 2008 ; Hejnfelt et Angelidaki, 2009). Ces concentrations élevées d'AGLC dépendent de la concentration en lipides dans le substrat, de la charge organique appliqué au démarrage et du TSH (Salminen et Rintala, 2002a,b ; Cuetos *et al.*, 2008 ; Hejnfelt et Angelidaki, 2009).

Différentes solutions ont été proposées pour surmonter l'effet d'inhibition des AGLC, notamment l'ajout d'inoculum, la diminution de la biodisponibilité des AGLC par adsorption, l'ajout de co-substrat et l'alimentation discontinue (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019).

### I.8.3.2 Eléments métalliques

Les éléments métalliques (Tableau I.3) y compris les métaux légers (sodium, potassium, magnésium, calcium et aluminium) et les métaux lourds (chrome, cobalt, cuivre, zinc et nickel) font partie des micronutriments nécessaires à la survie des micro-organismes. Toutefois et à des concentrations élevées, ils provoqueraient une inhibition de la DA puisqu'ils ne se dégraderaient plus et s'accumuleraient dans les fermenteurs atteignant des concentrations inhibitrices qui altèrent la structure et la fonction des enzymes (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019).

**Tableau I.3 : Liste des éléments métalliques inhibiteurs et leurs concentrations inhibitrices respectives (Frédéric et Lugardon, 2007)**

<b>Substances</b>	<b>Concentration modérément inhibitrices (mg·L<sup>-1</sup>)</b>	<b>Concentration fortement inhibitrices (mg·L<sup>-1</sup>)</b>
<b>Sodium</b>	3 500 à 5 500	8 000
<b>Potassium</b>	2 500 à 4 500	12 000
<b>Calcium</b>	2 500 à 4 500	8 000
<b>Magnésium</b>	1 000 à 1 500	3 000
<b>Sulfure</b>	-	200
<b>Cuivre</b>	-	50 à 70
<b>Chrome (VI)</b>	-	200 à 600
<b>Chrome (III)</b>	-	180 à 420
<b>Nickel</b>	-	30

### I.8.3.3 Sulfure d'hydrogène

C'est un produit de la digestion anaérobie, qui peut facilement diffuser à travers la membrane cellulaire dans le cytoplasme et endommager les méthanogènes, en particulier les méthanogènes acétoclastiques. Le sulfate est réduit en sulfure d'hydrogène par des bactéries sulfato-réductrices. Une compétition sur l'utilisation du substrat tels que l'hydrogène et l'acide acétique aura lieu entre les bactéries sulfato-réductrices et les méthanogènes durant la DA causant ainsi une inhibition (Li, *et al.*, 2019a).

### I.8.3.4 Oxygène

L'oxygène est toxique pour la plupart des micro-organismes anaérobies. Sa présence dans un réacteur anaérobie entraînera une diminution significative du taux de digestion. Cependant, il est possible que les anaérobies facultatifs métabolisent l'oxygène dissous avant que des effets toxiques ne soient perceptibles (Sawyer *et al.*, 2019).

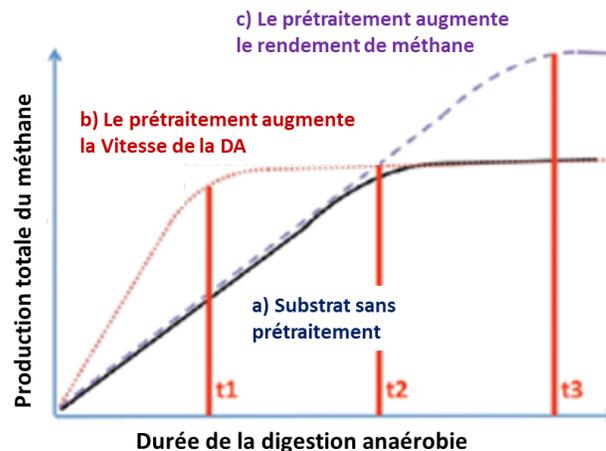
## I.9 Optimisation du processus par application des prétraitements et de la co-digestion

Afin d'optimiser le processus et d'augmenter le rendement en méthane, l'application des prétraitements sur le substrat est une étape clé pour surmonter les limites de la biodégradation en particulier dans le cas d'utilisation de substrats difficilement biodégradables tels que les déchets

solides (ordures ménagères, déchets d'abattoirs, cultures lignocellulosiques, etc.) (Moletta, 2015). En fait, les prétraitements offrent la conversion de divers déchets organiques complexes en structures fermentescibles en augmentant la réduction de la taille des particules et la solubilité, menant à l'intensification du processus de digestion anaérobie (Meegoda *et al.*, 2018).

De plus c'est un moyen d'accélération du processus de digestion anaérobie. La première étape du processus, l'hydrolyse, est considérée comme une étape limitante et son accélération facilite le déroulement des étapes suivantes. Alors l'application de différents prétraitements chimiques (en milieu acide ou alcalin), thermiques (congélation ou chauffage), mécaniques (broyage, d'ultrasons et de champs électriques pulsés) ou même biologiques (l'ajout des enzymes, champignons ou de bactéries) en amont de la digestion anaérobie peut, entre autres, réduire le temps de rétention hydraulique nécessaire à la dégradation complète des déchets (Meegoda *et al.*, 2018 ; Li *et al.*, 2019b).

Les objectifs des prétraitements diffèrent donc selon le substrat utilisé mais globalement ces technologies visent à augmenter le rendement en biogaz et à accélérer sa production comme il est démontré par la Figure I.11 1 reflétant la production de méthane en fonction du temps en mode batch en utilisant des substrats prétraités et non prétraités (Montgomery et Bochmann 2014).



**Figure I.11 : L'influence des prétraitements sur la vitesse de production de méthane et sur son rendement (Montgomery et Bochmann 2014)**

De manière plus générale et selon le substrat utilisé, les prétraitements permettent de :

- Solubiliser la matière organique

- Réduire la taille des particules
- Augmenter la surface de contact entre les particules et les microorganismes et l'accessibilité aux enzymes
- Augmenter la fluidité du digesteur
- Dégrader la lignine et/ou la matrice lignocellulosique et solubiliser l'hémicellulose
- Diminuer la consommation d'énergie
- Effectuer l'hygiénisation des déchets toxiques (tels que les déchets d'abattoirs) (Montgomery et Bochmann 2014)

Dans notre étude, nous avons exploré l'optimisation de la DA en appliquant un traitement thermique (l'hygiénisation) et la co-digestion.

### 1.9.1 Prétraitements thermiques et hygiénisation

Le prétraitement thermique consiste à exposer les déchets à des températures élevées pour induire l'hydrolyse tout en empêchant l'évaporation (Meegoda *et al.*, 2018). Le substrat utilisé dans la DA est chauffé sous pression et maintenu à cette température pendant une heure maximum. Cela peut être effectué avec des autocuiseurs, des autoclaves ou des radiateurs à micro-ondes au laboratoire (Montgomery et Bochmann 2014). Ce prétraitement améliore l'hydrolyse des macromolécules en micromolécules favorisant une meilleure biodégradabilité du substrat permettant ainsi une digestion plus stable même avec des charges organiques élevées (Meegoda *et al.*, 2018). Par exemple, Choi *et al.*, 2018, ont adopté l'hydrolyse thermique pour améliorer la production de méthane à partir de boues d'épuration ; ils ont constaté que l'application d'une température de 180 °C pendant 76 minutes, a renforcé l'hydrolyse des substances de poids moléculaire élevé, ce qui a engendré une hausse du rendement en méthane (Choi *et al.*, 2018). Cependant, certaines études ont montré que le prétraitement des déchets animaux à température élevée n'est pas toujours rentable et que la production de méthane peut diminuer à cause de l'effet inhibiteur des AGLC et de l'ammoniac générés en quantités plus grandes et aux réactions de Maillard (Hejnfelt et Angelidaki, 2009 ; Cuetos *et al.*, 2010 ; Carrere *et al.*, 2016). Il s'est avéré que l'application d'une température dépassant 200 °C pourrait entraîner la destruction des MV, épuisant le substrat disponible pour la DA. En plus une accumulation de mélanoidines toxiques par les réactions de Maillard est observée à haute température à cause de la solubilité accrue des glucides et des protéines à ces températures. Ainsi certains produits de dégradation du xylose et de la lignine qui comprennent des composés hétérocycliques et phénoliques (tels que le furfural)

(De Vrije *et al.*, 2009) se forment et peuvent être des inhibiteurs des archées méthanogènes (Montgomery et Bochmann, 2014 ; Meegoda *et al.*, 2018). Alors, l'application d'une température inférieure à 100 °C est plus favorable puisqu'elle réduit la consommation d'énergie, et par suite les coûts du procédé ainsi qu'elle empêche l'inhibition du processus. Par exemple, Ruiz-Espinoza *et al.*, 2012 ont étudié l'effet de l'application des prétraitements thermiques à basse températures (90 °C) pendant 90 mins aux boues d'abattoirs de volaille et ont remarqué l'augmentation du taux d'hydrolyse de la matière organique avec une réduction du temps de rétention hydraulique et une élévation du rendement de méthane de 52 % par rapport à la digestion des boues brutes (Ruiz-Espinoza *et al.*, 2012).

De plus ce prétraitement a aussi un effet de stérilisation des produits. L'application de ce prétraitement favorise l'élimination des microbes et des pathogènes présentent dans le substrat et surtout durant l'application d'une digestion anaérobie des déjections animales ou des déchets d'abattoirs ce qui va renforcer l'activité des bactéries hydrolytique. (Ruiz-Espinoza *et al.*, 2012 ; Li *et al.*, 2019b).

Selon le règlement UE 142/2011, les sous-produits animaux, comme ceux issus de la filière aviaire, doivent être hygiénisés avant leur utilisation comme substrats pour la DA (Union Européenne, 2011). L'hygiénisation correspond à un traitement des substrats à 70 °C pendant 1 heure. Ce prétraitement peut être appliqué avant (pré-hygiénisation), pendant (inter-hygiénisation) ou après la digestion anaérobie (post-hygiénisation). Il joue un rôle important dans l'efficacité de réduction des agents pathogènes, la consommation énergétique et la qualité finale du digestat (Haumont *et al.*, 2019). La plupart des réglementations imposent un processus de pré-hygiénisation des déchets avant la DA. La pré-hygiénisation inactive les agents pathogènes avant d'entrer dans les digesteurs et empêche la multiplication des microorganismes inactivés (Ruiz-Espinoza *et al.*, 2012 ; Liu *et al.*, 2018a ; Li *et al.*, 2019). Outre que les fins sanitaires, l'hygiénisation peut avoir des effets positifs sur le rendement en méthane et sur sa vitesse de production (Liu *et al.*, 2018a). Cette approche augmente la solubilisation de la matière organique et convertit les substances chimiques complexes en substances plus simples (ex. transformation des AGLC en AGV et transformation des protéines en acides aminés). Le traitement peut également entraîner une modification morphologique des particules du substrat, rendant le processus d'hydrolyse beaucoup plus facile (Luste et Luostarinen 2010). L'augmentation du rendement en méthane induite par un

prétraitement thermique léger varie dans la plupart des cas entre 0 et +50 %. Par exemple, Ware et Power (2016) ont rapporté une augmentation du rendement de méthane (18,8 %) avec les déchets d'abattoir de porc hygiénisé (Ware et Power, 2016b). Liu *et al.*, 2018 ont constaté aussi une augmentation significative des potentiels de méthane pour le foie de porc (+8,6 %), le rejet du tamisage de l'abattoir (+11,1 %), les boues épaissies municipales (+12,5 %) et le digestat issu du réservoir d'hydrolyse (+18,0 %) après prétraitement, en plus d'un effet positif sur la vitesse de production de méthane (Liu *et al.*, 2018b).

Toutefois, d'autres chercheurs relèvent un effet négatif de l'hygiénisation sur certains types de déchets d'abattoirs riches en protéines et en graisse, dû à la production de concentrations élevées d'ammoniac, de sulfates et d'acides, inhibiteurs connus du processus (Hejnfelt et Angelidaki, 2009 ; Luste *et al.*, 2009; Grim *et al.*, 2015 ; Ware et Power, 2016b ; Liu *et al.*, 2018a,b). En conclusion, l'effet de ce prétraitement varie selon les types de substrats et leur composition.

### 1.9.2 Co-digestion

L'alimentation des unités de méthanisation peut être réalisée à partir d'un seul substrat ou d'un mélange de deux ou de plusieurs substrats (co-digestion). Cette dernière est essentielle afin de prévenir certains problèmes comme le manque d'azote (résidus de culture), l'excès d'azote (déjections animales, biodéchets, boues...), le risque d'acidification liée à une forte biodégradabilité (biodéchets, déchets des industries agroalimentaires...), le manque de microéléments (biodéchets, etc.) et la présence d'AGLC (déchets d'abattoir, etc.). Elle offre également un large éventail d'avantages par rapport à la mono-digestion, tels que la dilution des substances toxiques, l'équilibre des nutriments, l'amélioration de l'activité des micro-organismes, la valorisation d'une charge accrue de matière organique facilement biodégradable, l'amélioration du pouvoir tampon du mélange et la qualité du produit digéré et, par conséquent, l'intensification du rendement en méthane (Borowski *et al.*, 2014 ; Divya *et al.*, 2015 ; Li *et al.*, 2019 ; Dhungana *et al.*, 2022). Comme mentionné précédemment, la mono-digestion des fientes de volailles peut particulièrement rencontrer des problèmes d'inhibition en raison de leur richesse en azote (Khan *et al.*, 2021). Lorsque ce dernier dépasse un certain seuil (1500 et 7000 mg-L<sup>-1</sup>), il peut inhiber le processus de digestion assistée. Par conséquent, la co-digestion est recommandée (Divya *et al.*, 2015), mais le co-substrat doit être soigneusement choisi en tenant compte de sa composition et de son effet sur le substrat principal (Cresson, 2017) ainsi que le ratio de mélange doit être optimisé

(Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019). Les fientes de volailles peuvent être traitées avec succès avec du lactosérum, des déchets de fruits et légumes, la fraction organique des déchets solides municipaux, de la paille de riz, d'autres types de fumiers, y compris le lisier de bovins, le fumier de buffles et le fumier de moutons, ainsi qu'avec des boues digérées (Abouelenien *et al.*, 2010 ; Borowski *et al.*, 2014)). A titre d'exemple, la co-digestion de fumier de volaille avec des déchets agricoles a permis d'augmenter de 32 % les rendements en méthane, l'accumulation d'ammoniac ayant été réduite de 43,7 %, minimisant ainsi sa toxicité généralement rencontrée dans les fumiers aviaires seuls (Abouelenien *et al.*, 2015 ; Bres *et al.*, 2018).

## **I.10 Projet de thèse**

La production de déchets organiques est en croissance continue dans le monde entier. Cela est dû à l'accroissement de la population humaine, à l'accélération de ses activités quotidiennes ainsi qu'au progrès de l'industrie surtout celle agricole afin de répondre aux demandes de nourritures. Ces déchets doivent être traités afin de réduire leur impact négatif sur l'environnement. D'autre part, cette hausse des activités humaines et le mode de vie d'aujourd'hui engendrent une consommation d'énergie importante provoquant, entre autres, l'épuisement des ressources fossiles telles que le pétrole, le gaz naturel et le charbon. C'est pourquoi et dans la dynamique de développement durable, la digestion anaérobie s'impose désormais comme une approche attrayant à double effet. Elle permet de produire de l'énergie verte, alternative aux énergies fossiles, tout en traitant des quantités de déchets organiques.

Dans ce chapitre nous avons décrit en premier le secteur aviaire à l'échelle globale, en particulier en France et au Liban, ainsi que les déchets générés par ce secteur et leurs différentes caractéristiques. Ensuite nous avons abordé le processus de la digestion anaérobie, en détaillant ses étapes, les différents réacteurs, les avantages et les limitations, les moyens d'optimisation et l'application de ce procédé en utilisant les déchets aviaires.

De là et dans le cadre de ce travail de thèse, nous nous intéressons à traiter et à valoriser par digestion anaérobie les différents types de déchets issus du secteur aviaire en particulier les fientes aviaires qui sont les moins valorisées de nos jours par rapport aux déchets d'abattoirs.

Nous visons dans un premier temps à caractériser biochimiquement les différents substrats issus de cette industrie et à évaluer leur potentiel méthanogène dans des réacteurs en mode batch. Les données recueillies sont indispensables à la compréhension du comportement de chaque type

de substrat durant la DA et de l'importance de leur composition biochimique. Nous mettons également en évidence l'effet du traitement thermique sur ce processus en appliquant l'hygiénisation des substrats.

Ensuite, nous cherchons à optimiser la DA des fientes aviaires en déterminant les conditions opératoires les plus adéquates. Nous nous intéressons à évaluer les effets du ratio S/I, de la nature de l'inoculum, de la concentration d'ammoniac et du temps de stockage sur la productivité et le bon fonctionnement des digesteurs en mode batch.

Dans un second temps, nous explorons la faisabilité technique du procédé à une échelle industrielle, en appliquant le mode semi-continu. Dans ce but, un réacteur parfaitement mélangé (CSAD) est manipulé dans des conditions mésophiles pour une période de 145 jours. Un suivi des facteurs de stabilité du réacteur est conduit pour un fonctionnement fluide et régulier du digesteur. De plus, la biodégradabilité de la matière organique et des fibres lignocellulosiques est déterminée pour une meilleure évaluation du rendement de méthane obtenu.

Enfin, nous étudions l'effet de la co-digestion sur la production de méthane par les fientes en mode semi-continu. Des réacteurs de 2 litres sont utilisés pour cette expérience effectuée à température mésophile pour une période de 80 jours. Ceci constitue un moyen d'intensification du processus ainsi qu'un renforcement de la chaîne bioéconomique.

## Chapitre II. Matériels et méthodes

<b>II. Chapitre II : Matériels et méthodes.....</b>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>II.1 Échantillonnage .....</b>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.1.1 Substrats aviaires.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.1.2 Inocula .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>II.2 Caractéristiques bio-physico-chimiques des substrats et des digestats .....</b>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
Bookmark not defined.	
II.2.1 Matières sèches (MS).....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.2.2 Matières volatiles (MV) .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.2.3 Demande chimique en oxygène (DCO).....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.2.4 Dosage de l'Azote (ammoniacal et total).....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.2.4.1 Dosage de l'azote ammoniacal NH <sub>3</sub> .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.2.4.2 Dosage de l'azote total (NTK) .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.2.5 Dosage de l'azote et du phosphore total.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.2.6 Fractionnement biochimique par la méthode de Van-Soest.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>defined.</b>	
II.2.7 Dosage des lipides (méthode de soxhlet) .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>II.3 Procédé de méthanisation en mode batch des fientes de volailles.....</b>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
not defined.	
II.3.1 Description et principe de fonctionnement de l'AMPTS (Automatic Methane Potential Test System) .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.3.2 Calcul de normalisation du gaz .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.3.3 Démarrage de l'AMPTSII et conditions opératoires .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.3.4 Modélisation cinétique .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>II.4 Procédé de méthanisation en mode semi-continu .....</b>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.4.1 Digesteur CSAD (Continuous Stirred Anaerobic Digestors) de 12 Litres.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>Bookmark not defined.</b>	
II.4.1.1 Description et principe de fonctionnement .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.4.1.2 Conditions expérimentales : production de méthane par les fientes aviaires en mode semi-continu.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.4.2 Digesteurs de 2 litres .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.4.2.1 Description et principe de fonctionnement .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.4.2.2 Conditions expérimentales : évaluation de l'effet des fientes aviaires avec de la boue physico-chimique sur la production de méthane en semi-continu ..	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.4.3 Méthodes analytiques de suivi des digesteurs.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.4.3.1 pH.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>

II.4.3.2	Dosage de l'azote et du phosphore total.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.4.3.3	Détermination du ratio FOS/TAC ou AVT/TAC (Titre Alcalimétrique Complet (TAC) et de l'Acidité Volatile Totale (AVT)) .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.4.3.4	Évaluation de la biodégradabilité des composants biochimiques de l'intrant et du produit final .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.4.3.5	Analyse de la composition du biogaz à l'aide d'un GEOTECH 5000/QED.....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>II.5</b>	<b>Optimisation de la DA des déchets aviaires .....</b>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.5.1	<i>Application de prétraitement thermique : hygiénisation.</i>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.5.2	<i>Co-digestion des fientes avec de la boue physico-chimique</i>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>II.6</b>	<b>Analyses statistiques des données.....</b>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.6.1	<i>Coefficient de corrélations linéaires .....</i>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
II.6.2	<i>Test de comparaison des moyennes .....</i>	<b>Error! Bookmark not defined.</b>

## II. Chapitre II : Matériels et méthodes

Ce chapitre comprend les différents matériels, méthodes et techniques expérimentales utilisés au cours de ce travail.

Différentes parties sont détaillées dans ce chapitre :

- L'origine des différents substrats aviaires (fientes et déchets d'abattoirs) et ceux des inocula, leur préparation et caractérisation,
- Les techniques analytiques classiques de caractérisation (matières sèches, matières volatiles...) et spécifiques (fractionnement par le protocole de Van-Soest, détermination de lipides par la méthode Soxhlet...),
- La méthode de détermination de la production maximale de méthane en mode batch (test BMP),
- La digestion anaérobie des fientes aviaires en mode semi-continu (dans un digesteur de 12 litres parfaitement mélangé et dans des réacteurs de 2 litres),
- Les diverses techniques d'optimisation de la production de méthane (prétraitements et co-digestion) appliqués soit amont de la digestion anaérobie de notre substrat soit au cours du processus.

### II.1 Échantillonnage

#### II.1.1 Substrats aviaires

Les fientes fraîches de poules pondeuses biologiques ont été récupérées sur la ferme de l'EPLFPA Le Gros Chêne Pontivy-France. Elles sont récoltées dans le bâtiment à l'aide d'un tapis roulant directement placé sous les poules pondeuses (Figure II.12). Le tapis est divisé en 3 parties et chaque jour une partie du tapis est vidée ce qui fait que les fientes ne datent pas de plus de 3 jours. Les fientes ont été d'abord diluées avec de l'eau du robinet (facteur de dilution 1/3) puis broyées et homogénéisées avec un Ultra Turrax® (ULTRA-TURRAX T 50 basic, IKA-WERKE, GMBH & CO. KG, D-79219 Staufen, Germany) pendant 10 minutes à une vitesse de 8800 min<sup>-1</sup>, tamisées à l'aide d'un tamis de 3,15 mm et conservées à -20 °C jusqu'à leur utilisation.



**Figure II.12 : Tapis roulant couvert de fientes et placé sous les poules pondeuses**

Les déchets d'abattoir utilisés dans notre étude proviennent de l'abattoir des Volailles de Keranna Guisriff-France, tels que les fientes issues de la zone de débarquement, les déchets issus des lignes d'abattage (viscères) et ceux de la station d'épuration (refus de tamisage à 6 mm et refus de tamisage à 1 mm en entrée de station, les graisses physico-chimiques, boues physico-chimiques et boues activées résultant du traitement primaire (traitement physico-chimique) et secondaire (traitement biologique) des eaux usées après le processus d'abattage. La préparation des fientes d'abattoirs est la même que celle des fientes fraîches mentionnée ci-dessus. Les viscères, tamis de 1 mm et tamis de 6 mm ont été dilués (facteur de dilution 1/2) puis broyés et homogénéisés avec un Ultra Turrax® et conservés à -20 °C. Les graisses physico-chimiques, les boues physico-chimiques et les boues activées ont été uniquement homogénéisées avec un Ultra Turrax® et stockées à -20 °C.

### *II.1.2 Inocula*

Trois inocula actifs ont été utilisés dans notre étude. Le premier a été récupéré dans un méthaniseur mésophile du centre d'énergies renouvelables LIGER de Locminé, France (installation territoriale de traitement des déchets agroalimentaires et des déchets animaux) et le second du méthaniseur mésophile de la station d'épuration du Légué à Saint-Brieuc, France (station d'épuration urbaine). Ces inocula ont été tamisés à l'aide d'un tamis de 1 mm puis conservés à température ambiante pendant une période de jeûne de presque une semaine avant le début des

essais. Le but de cette étape est d'éliminer une grande quantité de substrats biodégradables résiduels et donc de faciliter l'évaluation de la production de méthane des substrats.

Le troisième inoculum a été récupéré sur le site de l'EPLFPA Le Gros Chêne Pontivy-France (méthaniseur mésophile à la ferme de traitement des déjections animales). Cet inoculum a été tamisés à l'aide d'un tamis 1 mm puis avec un autre tamis de 0,4 mm afin d'éliminer le maximum de pailles et de fibres issues des fumiers porcins et bovins et par la suite il était directement rempli dans les réacteurs continus sans la période de jeûne afin de minimiser la période de montée en charge.

## II.2 Caractéristiques bio-physico-chimiques des substrats et des digestats

### II.2.1 Matières sèches (MS)

Les matières sèches (MS) correspondent aux composés résiduels après séchage jusqu'à atteindre une masse constante selon la norme NF ISO 11465. Cette teneur est déterminée par méthode gravimétrique dans une étuve (Modèle 600, Memmert, Schwabach, Allemagne) à  $105 \pm 1$  °C. Un échantillon de masse connue ( $m_{\text{échantillon}}$ ) est introduit dans un bécher de 250 mL préalablement taré ( $m_{\text{vide}}$ ). L'ensemble est introduit dans l'étuve pour séchage, puis est refroidi en dessiccateur et pesé. La teneur en MS ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$  de matière brute) est déterminée selon l'équation suivante (Eq.14) :

$$MS = \frac{m_{105\text{ °C}} - m_{\text{vide}}}{m_{\text{échantillon}}} \quad (\text{Eq.14})$$

Avec :  $m_{105\text{ °C}}$  est la masse en grammes du bécher et du résidu sec,  $m_{\text{vide}}$  est la masse en grammes du bécher vide,  $m_{\text{échantillon}}$  est la masse en kilogrammes de la matière brute.

### II.2.2 Matières volatiles (MV)

Les matières volatiles représentent la fraction des solides totaux qui est perdue lors d'une calcination à 550 °C dans un four. Une masse précise du résidu sec obtenu à 105 °C est mise dans un creuset préalablement taré ( $m_{\text{creuset}}$ ). L'ensemble est mis dans un four à moufle (Controller B170, Nabertherm, Lilienthal, Allemagne) et maintenu 2 heures à 550 °C afin de calciner le résidu sec obtenu selon la norme NT U 44-160. Puis le creuset est refroidi dans un dessiccateur et pesé ( $m_{550\text{ °C}}$ ). La teneur en MV ( $\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$  de matière brute) est déterminée suivant l'équation (Eq.15) :

$$MV = \frac{m_{105\text{ °C}} - m_{550\text{ °C}}}{m_{\text{échantillon}}} \quad (\text{Eq.15})$$

Avec :  $m_{105\text{ °C}}$  est la masse en grammes du creuset et du résidu sec,  $m_{550\text{ °C}}$  est la masse en grammes du creuset après calcination,  $m_{\text{échantillon}}$  est la masse en kilogrammes de la matière brute.

### II.2.3 Demande chimique en oxygène (DCO)

La DCO représente la consommation d'oxygène nécessaire pour oxyder complètement la matière organique du substrat. Elle est exprimée en gramme d'oxygène par gramme de matière brute (MB).

Les substrats préparés ont été dilués de nouveau, chacun à différents facteurs de dilution, en prenant en considération leur teneur en MS afin d'obtenir une valeur de DCO dans la gamme choisie.

La détermination de la DCO se fait dans des tubes de test DCO commerciaux (Spectroquant 500 - 10000 mg/L, Merck KGaA, Darmstadt, Allemagne) contenant du dichromate de potassium et l'échantillon à analyser. Cette méthode correspond à DIN ISO 15705 et est analogue à la norme US EPA 410.04. Les tubes sont placés dans un réacteur chauffant (Spectroquant TR 320, Merck, Darmstadt, Allemagne) à 148 °C pendant 2 heures, puis sont laissés à refroidir à l'air ambiant avant de mesurer la DCO. Il est considéré que toute la matière organique a été oxydée par la solution sulfurique chaude de dichromate de potassium avec du sulfate d'argent comme catalyseur. La DCO est déterminée en  $\text{mgO}_2/\text{L}$  par photométrie grâce à un spectrophotomètre (Spectroquant Nova 60 Photometer, Merck, Allemagne).

### II.2.4 Dosage de l'Azote (ammoniacal et total)

#### II.2.4.1 Dosage de l'azote ammoniacal $\text{NH}_3$

Ce dosage est effectué selon AFNOR standard (BS EN 15475:2009 – February 2009). Un matra contenant l'échantillon à doser est placé dans un appareil automatique de distillation (Büchi Distillation Unit K-350). De la lessive de soude à 30 % est ajoutée jusqu'à transformation totale des ions ammonium  $\text{NH}_4^+$  en ammoniac  $\text{NH}_3$ . Le mélange est ensuite distillé : l'ammoniac volatil est entraîné par la vapeur d'eau, puis condensé à l'aide d'un réfrigérant et piégé dans une solution d'acide borique  $\text{H}_3\text{BO}_3$  à 2 % contenant un indicateur coloré mixte (Tashiro, mélange de vert de bromocrésol et de rouge de méthyle, virage du vert au rose entre pH 4,4 et 5,8). Le  $\text{NH}_3$  recueilli est ensuite dosé par l'acide chlorhydrique  $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ . L'équivalence est repérée par un changement

de couleur (virage du vert au rose). Un blanc contenant de l'eau distillée est également dosé selon le même protocole.

La concentration en azote (en  $\text{gN}\cdot\text{L}^{-1}$ ) est ensuite calculée selon l'équation suivante (Eq.16) :

$$[N - \text{NH}_3] = \frac{C_{\text{HCl}} \times (\text{Véq échantillon} - \text{Véq blanc}) \times M_N}{V_{\text{échantillon}}} \quad (\text{Eq.16})$$

Avec :  $C_{\text{HCl}}$  est la concentration de la solution titrante acide chlorhydrique HCl en mol/L,  $V_{\text{éq échantillon}}$  est le volume d'acide chlorhydrique utilisé dans la titration de l'échantillon en mL,  $V_{\text{éq blanc}}$  est le volume d'acide chlorhydrique utilisé dans la titration du blanc en mL  $M_N$  est la masse molaire de l'azote en g/mol et  $V_{\text{échantillon}}$  est le volume de l'échantillon pour l'essai en mL.

#### II.2.4.2 Dosage de l'azote total (NTK)

Ce dosage est effectué selon AFNOR NF T 90 110 – December 1981. Les échantillons à doser sont placés dans des matras auxquelles on ajoute successivement 20 mL d'acide sulfurique  $\text{H}_2\text{SO}_4$  96 %, 2 pastilles de catalyseur de minéralisation (Kjeldahl Missouri 5 g,  $\text{K}_2\text{SO}_4$  48,4 %,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  48,3 %,  $\text{CuSO}_4$  0,3 %) et des billes de verre dans chaque Matra. L'ensemble des matras préparés est placé dans un banc de minéralisation chauffant à 400 °C. La réaction dure 2 heures à partir de l'apparition de fumée blanche (dégagement de dioxyde et trioxyde de soufre  $\text{SO}_2$  et  $\text{SO}_3$ ). En milieu acide et chaud, l'azote organique est hydrolysé en azote minéral. Après réaction, le Matra est refroidi jusqu'à température ambiante, puis un volume d'eau distillée est ajouté au culot pour diluer l'acide du milieu.

L'azote total minéralisé en azote ammoniacal est ensuite dosé selon le même protocole que celui présenté au paragraphe II.2.4.1.

#### II.2.5 Dosage de l'azote et du phosphore total

L'azote et le phosphore totaux sont des minéraux essentiels se trouvant dans le digestat récupéré à la fin de la DA et peuvent nous renseigner sur la stabilité du processus. Les teneurs en azote total (TN) et phosphore total (TP) ont été mesurées à l'aide du test Spectroquant® (Merck KGaA, Darmstadt, Allemagne). La détermination de la teneur en azote total (TN) est effectuée dans des tubes de test commerciaux (Spectroquant 10-150 mg  $\text{N}\cdot\text{L}^{-1}$ , Merck, Darmstadt, Allemagne), selon une méthode analogue à la norme EN ISO 11905-1 et DIN 38405-9. La

détermination de la teneur en phosphore total (TP) est réalisée dans des tubes de test commerciaux (Spectroquant 0,5-25,0 mg P·L<sup>-1</sup>, Merck, Darmstadt, Allemagne), selon une méthode analogue à la norme DIN EN ISO 6878 et EPA 365.2+3. Chaque échantillon a été préparé en trois exemplaires. Après avoir ajouté l'échantillon et les réactifs nécessaires au tube Spectroquant, ce dernier a été chauffé à une température de 100 °C pendant un certain temps (une heure pour la détermination de l'azote et 30 minutes pour celle du phosphore) afin que la réaction puisse avoir lieu. Une fois le tube refroidi, il a été placé dans un spectrophotomètre préalablement programmé pour ces méthodes. La méthode d'oxydation au peroxydisulfate a été utilisée pour l'analyse de ces deux minéraux. Le bleu de phosphomolybdène (absorbance à une longueur d'onde de 310-330 nm) est l'indicateur utilisé pour la détermination du phosphore total et le diméthyl-2,6-phénol (absorbance à une longueur d'onde de 290 nm) est celui utilisé pour l'azote total. Enfin, la concentration est mesurée automatiquement selon la loi de Beer-Lambert  $A = \epsilon \cdot c \cdot l$ . La méthode est sélectionnée par le code-barres des tubes ou par l'AutoSelector pour les tests respectifs.

### II.2.6 Fractionnement biochimique par la méthode de Van-Soest

La méthode de Van-Soest est actuellement l'un des principaux moyens de quantification des fibres végétales composées principalement d'hémicelluloses, de celluloses, de lignines et cutines. Cette méthode permet de déterminer séquentiellement des constituants par des extractions chimiques successives (traitement aux détergents neutre, acide et à l'acide sulfurique) et quantification par pesage des fibres insolubles sèches récupérées après filtration (Van Soest *et al.*, 1985 ; Van Soest *et al.*, 1991 ; Mertens 2002). Les échantillons utilisés pour cette analyse doivent être séchés et broyés pour obtenir des particules d'environ 0,2 mm. Trois détergents sont utilisés pour cette analyse :

- Solution de détergent neutre (NDS) : Phosphate disodique (4,5 g·L<sup>-1</sup>), de tétraborate de sodium (6,81 g·L<sup>-1</sup>), d' $\alpha$ -amylase (0,25 g·L<sup>-1</sup>), d'EDTA de sodium (18,6 g·L<sup>-1</sup>), de lauryl sulfate de sodium (30 g·L<sup>-1</sup>) et de sulfite de sodium (5 g·L<sup>-1</sup>)
- Solution de détergent acide (ADS) : 20 g·L<sup>-1</sup> de bromure de triméthylcétyle-ammonium et 98 g·L<sup>-1</sup> de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- Solution d'acide sulfurique (ASS) : 1317 g·L<sup>-1</sup> d'acide sulfurique

Premièrement, cette méthode permet l'extraction de la fraction soluble (contenant des hydrates de carbone non structuraux, des pectines, des mucilages, des tanins solubles à pH neutre,

des lipides et des protéines solubles) avec une solution détergente neutre en excès (NDS), agissant sur 1 g de l'échantillon sec pendant 1 h à 100 °C. La fraction extraite est ensuite séparée des fibres insolubles au détergent neutre (NDR) par filtration (Figure II.13). Séquentiellement à l'action du détergent neutre, une solution en excès de détergent acide (ADS) agissant 1 heure à 100 °C permet l'extraction de l'hémicellulose. La fraction extraite est séparée des fibres insolubles au détergent acide (ADR) par filtration. Quant à la cellulose, elle est extraite en traitant la fraction ADR avec de l'acide sulfurique (ASS) pendant 3 heures à température ambiante. Le résidu de filtration, nommé ASSR, correspond à la lignine associée aux éléments inorganiques. Les teneurs en hémicelluloses et en celluloses ont été calculées comme la différence entre les fractions NDR et ADR, et les fractions ADR et ASSR, respectivement (Figure II.14 ) (Van Soest *et al.*, 1991 ; El Achkar *et al.*, 2016). Tous les produits utilisés dans cette méthode ont été fournis par (Merck, Allemagne). Pour chaque substrat, trois échantillons ont été analysés.

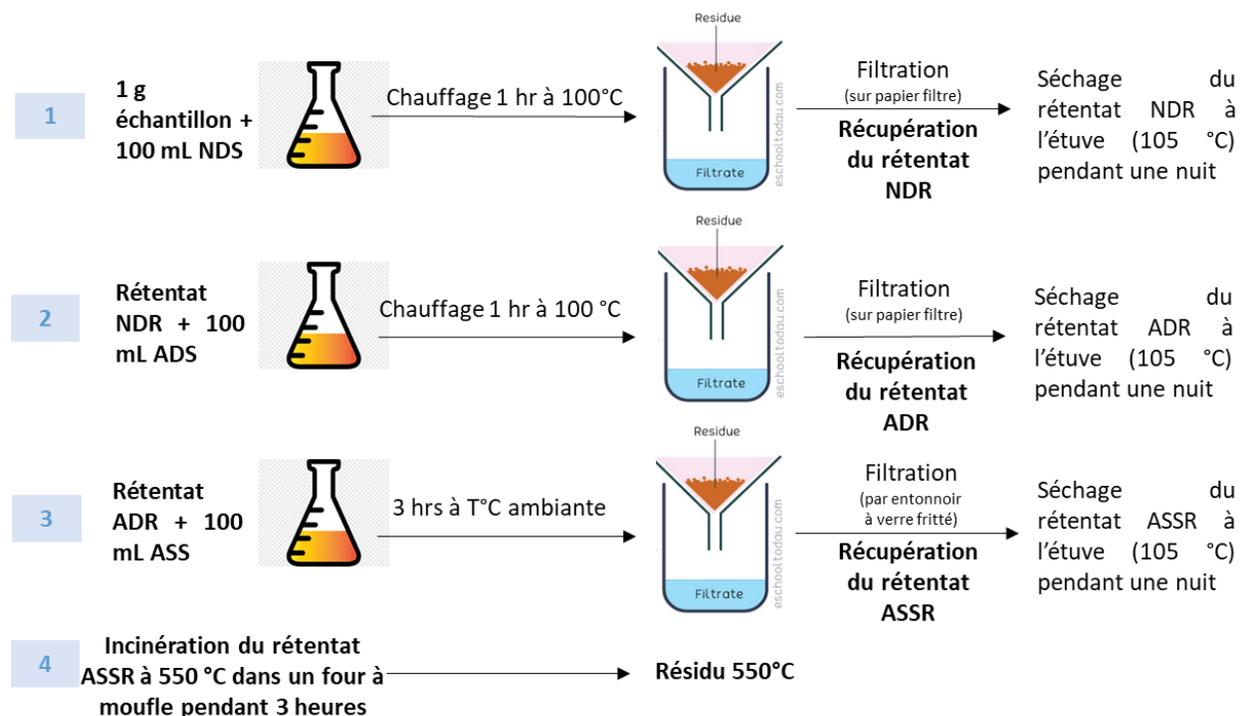
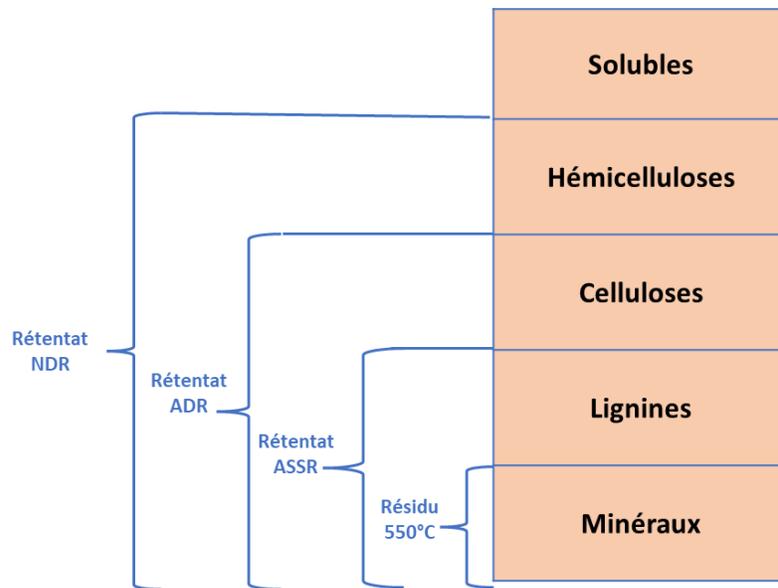


Figure II.13 : Etapes du fractionnement Van-Soest



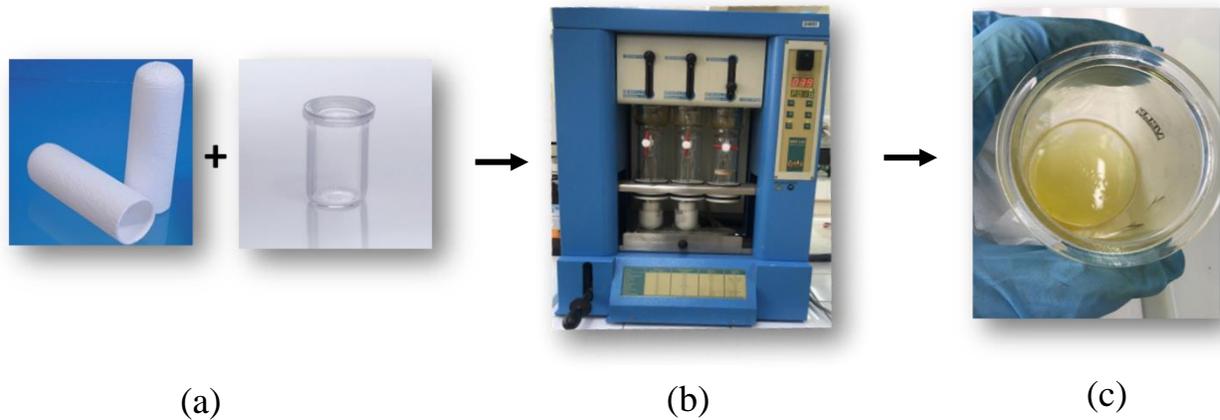
**Figure II.14 : Différentes fractions obtenues par le fractionnement de Van-Soest. (NDR = rétentat du détergent neutre ; ADR = rétentat du détergent acide ; ASSR = rétentat de l'acide sulfurique ; Résidu 550 °C = résidu obtenu par calcination)**

### II.2.7 Dosage des lipides (méthode de soxhlet)

La méthode de soxhlet permet l'extraction des lipides par un solvant selon la norme AOAC 2003.05. Le solvant utilisé dans notre cas est l'éther de pétrole. 2 grammes d'échantillon sec sont pesés et placés dans une cartouche à cellulose. 90 ml d'éther de pétrole (solvant fourni par Lab-Scan Ltd., Unit T26 Stillorgan Ind. Park, Co. Dublin, Ireland) sont versés dans le creuset en verre, préalablement pesé, auquel on introduit quelques billes en verres. La cartouche et le creuset (a) sont placés ensuite dans l'extracteur (b). Durant l'extraction, le solvant bouilli (température d'ébullition de 60 °C-80 °C) est évaporé, condensé et recueilli dans la chambre soxhlet en verre. Le solvant remplira la chambre principale de l'extracteur, dissolvant une partie des lipides de l'échantillon. Une fois que la chambre est presque pleine, elle est vidée par le siphon, renvoyant le solvant dans le creuset pour recommencer le processus. L'extraction dure 6 heures afin d'évaporer la totalité du solvant. Après l'extraction, le creuset contenant les lipides est placé à l'étuve pendant 30 min à 105 °C, puis au dessiccateur pendant 30 minutes (Figure II.15). Ensuite le creuset (c) est pesé et la quantité de lipide est déterminée par l'équation suivante (Eq.17) :

$$\% \text{ lipides} = \frac{m_2 - m_1}{m_E} \times 100 \quad (\text{Eq.17})$$

Avec  $m_1$  = creuset vide,  $m_2$  = creuset avec échantillon et  $m_E$  = poids de l'échantillon

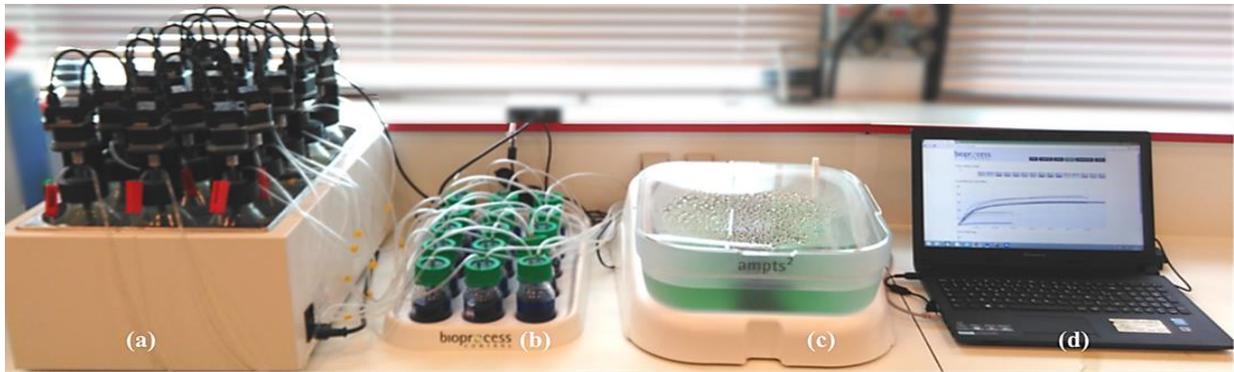


**Figure II.15 :** Etape du dosage des lipides par l'extracteur soxhlet, (a) : cartouche en cellulose et creuset, (b) : extracteur soxhlet, (c) : creuset avec lipide après extraction

### II.3 Procédé de méthanisation en mode batch des fientes de volailles

#### II.3.1 Description et principe de fonctionnement de l'AMPTS (Automatic Methane Potential Test System)

La détermination du potentiel méthanogène BMP (*Biochemical Methane Potential*) donne une indication préliminaire de la biodégradabilité d'un substrat et de sa capacité à produire du méthane via la digestion anaérobie, dans des conditions dites optimales. L'AMPTSII (Figure II.16) est le système de mesure utilisé dans notre travail. Il permet de déterminer le potentiel méthanogène et la cinétique de dégradation de toute substance organique. Cet équipement a été développé afin de mesurer de faibles volumes de méthane, à l'échelle du laboratoire. L'avantage de ce système est que les analyses et la sauvegarde des données sont automatiques durant toute la durée de l'incubation, ce qui réduit le temps et la demande de travail pour effectuer les analyses. En plus, les données de haute qualité obtenues, peuvent être utilisées pour extraire des informations cinétiques du processus de dégradation. Cela va aider à la compréhension de la dynamique de dégradation d'un substrat déterminé permettant ainsi d'améliorer le processus.



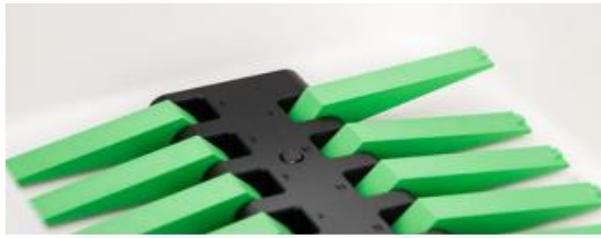
**Figure II.16 : Système AMPTS II : unité d'incubation (a), unité de fixation du CO<sub>2</sub> (b), unité de mesure du volume du gaz (c) et logiciel (d)**

Le système est composé de 4 unités principales :

- Unité d'incubation (a) : formé d'un bain-marie thermostaté (37 °C) contenant 15 bioréacteurs standards de volume 500 mL. Ces derniers contiennent une quantité précise d'échantillon et d'inoculum utilisé. Chaque bioréacteur est équipé d'un agitateur rotatif mis en marche de façon séquentielle et destiné à assurer un mélange suffisant du média (substrat et inoculum).
- Unité de capture du CO<sub>2</sub> (et d'autres gaz acides comme l'H<sub>2</sub>S) (b) : le biogaz produit dans chaque réacteur passe par un tube reliant l'unité d'incubation (a) à l'unité de fixation du CO<sub>2</sub> (b). Cette dernière est constituée de flacons contenant une solution alcaline (80 mL de NaOH à 3M) et de la thymolphthaléine comme indicateur de pH afin de contrôler visuellement la saturation de la solution NaOH en gaz acides en gardant un pH supérieur à 10 (virage du bleu au transparent). Le CO<sub>2</sub> présent dans le biogaz est ainsi retenu par interaction chimique avec l'hydroxyde de sodium (efficacité de la capture supérieure à 98 %) ce qui permet juste au méthane de passer à l'unité de mesure du volume du gaz (c).
- Unité de mesure du volume du gaz (c) : le volume de méthane libéré par l'unité (b) est mesuré grâce à un compteur volumétrique adapté à la mesure de faibles débits, de 0,01 à 200 L·j<sup>-1</sup> (0,007 à 139 mL·min<sup>-1</sup>). Ce compteur est formé d'un bassin rempli d'eau contenant 15 cellules de mesure (clapets immergés) et utilise le principe de déplacement de fluide et la flottabilité des cellules de mesure. Chaque clapet reçoit le CH<sub>4</sub> en provenance d'un bioréacteur. Le méthane arrive sous ces clapets qui se soulèvent quand un volume précis est accumulé (Figure II.17) et une impulsion électrique est alors enregistrée par le système

d'acquisition. Des capteurs de pression et de température sont incorporés pour la correction en ligne des résultats qui seront présentés ensuite en conditions normalisées.

- Logiciel (d) : c'est un serveur web intégré pour le paramétrage et l'accès aux données qui affiche des résultats accessibles et téléchargeables. Ce logiciel représente le volume de méthane produit sous forme de graphe et l'évolution de sa production cumulée est suivie en temps réel pendant toute la période d'incubation. Les résultats expérimentaux sont au format tableur standard ce qui réduit les temps de manipulation des données (Bioprocess Control Sweden AB, 2017).



**Figure II.17 : Soulèvement d'un clapet suite à l'accumulation d'un volume précis de méthane**

Les bioréacteurs sont incubés à 37 °C jusqu'à ce que la production de biogaz cesse. Tous les tests ont été réalisés en triplicata et la valeur nette de production de méthane est obtenue en soustrayant la production endogène des bioréacteurs contenant l'inoculum seul (les blancs). Le potentiel méthanogène a été calculé en divisant le volume de méthane produit par la quantité de matières volatiles (MV) du substrat injecté injectée ( $\text{Nm}^3 \cdot \text{kg MV}^{-1}$ ).

### II.3.2 Calcul de normalisation du gaz

Les valeurs enregistrées dans le tableur généré par l'AMPTS-II sont normalisées aux conditions standards : température de 0 °C, pression de 1 atm et gaz sec. La normalisation a été effectuée en appliquant l'équation suivante **(Eq.18)** :

$$V_0 = f_{T,P} \times f_w \times V_{bulle} \quad \text{(Eq.18)}$$

Avec  $V_0$  est le volume normalisé (NL),  $f_{T,P}$  est le facteur considérant la température et la pression de gaz,  $f_w$  est le facteur permettant de retrancher la teneur en eau dans le gaz, et  $V_{bulle}$  (L) est le volume enregistré pour un soulèvement de clapet.

Le facteur considérant la température et la pression  $f_{T,P}$  a été calculé en utilisant la loi des gaz parfaits selon l'équation **(Eq.19)** :

$$f_{T,P} = \frac{T_0}{T_{gaz}} \times \frac{p_{gaz}}{p_0} = \frac{273,15}{t_{gaz}+273,15} \times \frac{(p_{gaz}+0,6)}{101,32} \quad \text{(Eq.19)}$$

Avec  $T_0$  et  $p_0$  sont la température standard (273,15 K ou 0 °C) et la pression standard (101,32 kPa ou 1 atm),  $T_{gaz}$ ,  $t_{gaz}$ , et  $p_{gaz}$ , représentent les températures en K ou °C et la pression de gaz générée dans le bioréacteur en conditions ambiantes.

Après chaque soulèvement de clapet, les valeurs obtenues par les capteurs internes de température et de pression de l'AMPTS II sont mises à jour.

La pression du gaz est la somme de la pression mesurée (exprimée en kPa) et du facteur constant égal à 0,6. Ce dernier correspond à la pression exercée par la colonne d'eau d'environ 6 cm située au-dessus des clapets.

Afin de calculer la teneur en eau dans le gaz ( $f_w$ ) l'équation d'Antoine a été utilisée. Elle permet une bonne approximation de la pression de vapeur autour la pression atmosphérique et dans l'intervalle de température de 0 à 100 °C.  $f_w$  est calculé selon l'équation **(Eq.20)** :

$$f_w = 1 - \frac{p_{vap}}{p_{gaz}} = 1 - \frac{10^{\frac{8,1962 - \frac{1730,63}{233,426 + t_{gaz}}}}}{10 \times (p_{gaz} + 0,6)} \quad \text{(Eq.20)}$$

Selon la loi des gaz parfaits, la pression de vapeur est supposée être proportionnelle au volume de gaz. La fraction volumique d'eau est ainsi équivalente à la fraction de pression obtenue par le rapport de la pression de vapeur d'eau sur la pression totale. Alors, la fraction de gaz sec peut être calculée en éliminant la fraction d'eau du gaz humide.

En conclusion, la production de gaz est enregistrée et normalisée en continu par l'AMPTS II avec compensation de température et de pression en temps réel, selon l'équation **(Eq.21)** :

$$V_{0,i} = \frac{273,15}{t_{gaz,i}+273,15} \times \frac{(p_{gaz,i}+0,6)}{101,32} \times \left( 1 - \frac{10^{\frac{8,1962 - \frac{1730,63}{233,426 + t_{gaz}}}}}{10 \times (p_{gaz} + 0,6)} \right) \times V_{bulle} \quad \text{(Eq.21)}$$

Le volume accumulé reporté par l'AMPTS II est calculé en additionnant le volume de gaz pour chaque soulèvement de clapet. Chaque volume ajouté est ajusté pour la pression, la température, et la vapeur d'eau selon l'équation **(Eq.22)** :

$$V_{acc,i} = V_{acc,i-1} + \frac{273,15}{t_{gaz,i}+273,15} \times \frac{(p_{gaz,i}+0,6)}{101,32} \times \left( 1 - \frac{10^{\frac{8,1962 - \frac{1730,63}{233,426 + t_{gaz}}}}}{10 \times (p_{gaz}+0,6)} \right) \times V_{bulle} \quad \text{(Eq.22)}$$

### II.3.3 Démarrage de l'AMPTSII et conditions opératoires

5 différents essais ont été effectués avec l'AMPTSII durant notre étude. Au démarrage de ces tests, l'ajout de l'inoculum fournit une biomasse microbienne active, favorisant ainsi un état d'équilibre de l'ensemble du processus de digestion anaérobie. Une description détaillée de l'inoculum utilisé dans notre étude est donnée au paragraphe II.1.2.

La totalité des essais a été réalisé à une température mésophile de 37 °C, un pH autour de la neutralité, entre 6,5 et 8,5 et en fixant un ratio S/I (MV substrat/MV inoculum) de 0,4.

### II.3.4 Modélisation cinétique

Il est important de comprendre la cinétique de production de méthane à partir des matières premières pour concevoir et évaluer les digesteurs anaérobies. Les courbes de production cumulée de méthane obtenues à partir les tests BMP permettent de recueillir des informations supplémentaires sur les performances du substrat utilisé.

Deux modèles ont été utilisés dans notre étude :

- Le modèle cinétique de premier ordre (modèle exponentiel) : c'est le modèle cinétique le plus simple qui va donner des informations supplémentaires sur la production maximale de méthane ( $BMP_0$ ) et la constante d'hydrolyse ( $K_H$ ), selon l'équation suivante **(Eq.23)** :

$$BMP_t = BMP_0 \times \{1 - e^{-t.K_H}\} \quad \text{(Eq.23)}$$

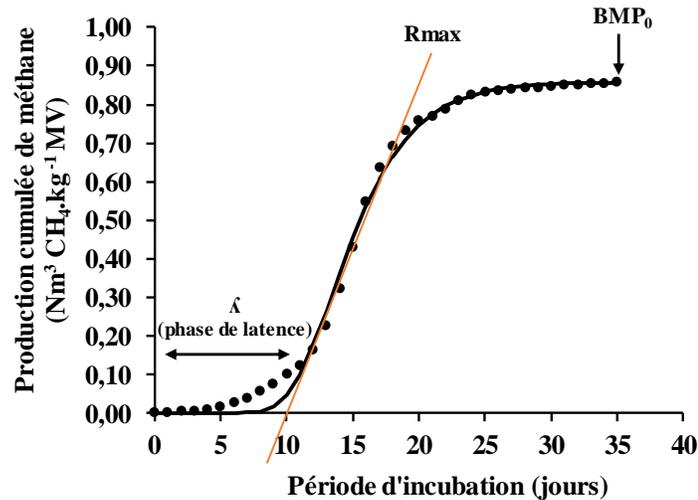
Avec  $BMP_t$ , la production cumulée de méthane à un temps  $t$  ( $Nm^3 CH_4 \cdot kg^{-1} MV$ ),  $BMP_0$ , la production maximale du modèle ( $Nm^3 CH_4 \cdot kg^{-1} MV$ ),  $t$ , le temps (jour) et  $K_H$ , la constante d'hydrolyse ( $jour^{-1}$ ).

- Le modèle de Gompertz modifié : l'équation de ce modèle permet d'obtenir le rendement maximal de méthane obtenu ( $BMP_0$ ), le taux maximum de production de méthane ( $R_{max}$ )

et la durée du décalage de la phase d'hydrolyse ( $\lambda$ ) (Ware et Power, 2017). Elle s'est appuyée sur l'hypothèse signalant que le taux de production de méthane dans un digesteur discontinu correspondant au taux de croissance spécifique des archées méthanogènes. Et elle est utilisée majoritairement en présence d'une phase de latence (Figure II.18). L'équation de ce modèle est la suivante (Eq.24) :

$$BMP_t = BMP_0 \times \exp \left\{ - \exp \frac{R_{max} \cdot e}{BMP_0} \times x (\lambda - t) + 1 \right\} \quad (\text{Eq.24})$$

Avec  $BMP_t$ , la production cumulée de méthane à un temps  $t$  ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ),  $BMP_0$ , la production maximale du modèle ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ),  $R_{max}$ , le taux de production maximal de méthane ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV} \cdot \text{jour}^{-1}$ ),  $e$  ou  $\exp$  de 1 (2.7182),  $\lambda$ , la phase de latence (jour) et  $t$ , le temps (jour).



**Figure II.18: Présentation graphique des paramètres du modèle de Gompertz**

Le calcul de  $BMP_0$ ,  $R_{max}$  et  $\lambda$  pour le modèle de Gompertz ainsi que le  $BMP_0$  et  $K_H$  pour le modèle exponentiel et le coefficient de détermination  $R^2$  ont été réalisés par le solveur sur Excel. De plus, afin de valider le modèle choisi, l'erreur de somme au carrée (SSE) a été calculée afin de déterminer la différence entre la valeur observée et la valeur du modèle. Plus l'erreur est faible, meilleure est la puissance d'estimation de la régression (Eq.25).

$$SSE = \sum_{i=1}^n (y_i - f(x_i))^2 \quad (\text{Eq.25})$$

Avec SSE, l'erreur de somme au carrée ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ )<sup>2</sup>,  $y_i$ , la valeur de BMP à prédire,  $f(x_i)$ , la valeur prédite de  $y_i$  et  $n$ , la limite supérieure de sommation.

## II.4 Procédé de méthanisation en mode semi-continu

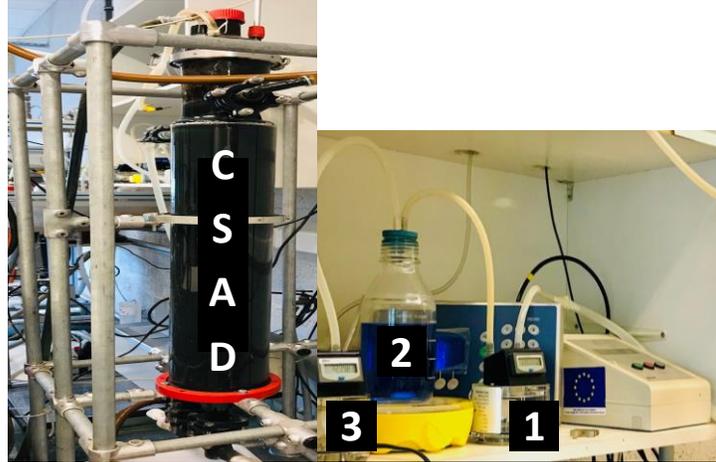
### II.4.1 Digesteur CSAD (*Continuous Stirred Anaerobic Digestors*) de 12 Litres

#### II.4.1.1 Description et principe de fonctionnement

Le CSAD (*Continuous Stirred Anaerobic Digestors*), représenté sur la Figure II.19, est un réacteur vertical tubulaire en verre de type parfaitement mélangé, grâce à des pompes péristaltiques qui maintiennent l'homogénéisation du contenu du digesteur par recirculation du biogaz ou du liquide favorisant aussi le maintien correct de la température et du pH. Cela conduit alors à l'amélioration du processus en limitant les problèmes de fonctionnement comme le moussage, la flottation de la biomasse et la sursaturation de certains gaz, formant des précipités ( $\text{CO}_2$ ) en contact avec la matière organique ou agissant comme inhibiteurs de réaction ( $\text{H}_2\text{S}$  et  $\text{H}_2$ ) (Guillaume et Lendormi, 2015 ; El Achkar *et al.*, 2016). Son volume utile est de 12 litres. L'outil est automatisé grâce à un automate programmable de la société Perrax (Perrax, Union, France) qui permet la collecte des données concernant les conditions de fonctionnement, la modification du programme si nécessaire et la mise en marche automatique des pompes péristaltiques. La circulation d'eau chaude dans la double enveloppe du digesteur permet la régulation de température à  $37\text{ }^\circ\text{C}$  (Guillaume et Lendormi, 2015).

Afin de maintenir un même volume utile du réacteur et un temps de séjour stable, une masse précise du digestat a été prélevée et la même masse de fientes aviaires a été alimentée manuellement dans le réacteur via une vanne de prélèvement et d'alimentation, à l'aide d'une seringue en plastique de 100 mL. Un clapet anti-retour est essentiel durant les injections et les extractions manuelles afin de prévenir les perturbations de la mesure du biogaz qui pourrait se produire.

Les productions de biogaz et de méthane sont obtenues à l'aide des compteurs de gaz (Type MGC-1 PMMA, Ritter, Allemagne) ayant une plage de mesure comprise entre 1 mL et 1 L par heure. L'entrée d'un premier compteur de biogaz (1) est reliée directement au réacteur. Sa sortie est bullée dans une bouteille de solution de NaOH 3M (2) pour la captation de  $\text{CO}_2$  puis relié à un autre compteur (3) pour mesurer le volume de méthane produit.



**Figure II.19 : Réacteur CSAD (Continuous Stirred Anaerobic Digester) de 12 L connecté à des compteurs de biogaz et de CH<sub>4</sub>. Avec (1) compteur de biogaz, (2) bouteille de solution de NaOH 3M pour capturer le CO<sub>2</sub>, (3) compteur de méthane.**

#### II.4.1.2 Conditions expérimentales : production de méthane par les fientes aviaires en mode semi-continu

Les fientes de poules pondeuses biologiques récupérées sur la ferme de l'EPLEFPA Le Gros Chêne Pontivy-France, ont été utilisées comme substrat dans cette expérimentation en mode semi-continu. Leur préparation est similaire à celle décrite dans les paragraphes précédents (II.1.1). Le broyage et le tamisage étaient indispensables afin d'éviter le bouchage des tuyaux du pilote par les matières fibreuses présentes dans les fientes.

Le digesteur a été opéré en conditions mésophiles, sous une température de 37 °C. Les opérations d'alimentation/soutirage ont été effectuées quotidiennement en appliquant un temps de séjour hydraulique (TSH) de 30 jours et une charge organique de 2,301 kg MV·m<sup>-3</sup>·j<sup>-1</sup>.

La charge organique appliquée (COA ou OLR, *Organic Loading Rate*) est calculée par l'équation suivante (**Eq.26**) (Labatut et Pronto 2018) :

$$OLR = \frac{S_0}{HRT} = S_0 \times \frac{Q}{V} \quad (\text{Eq.26})$$

Avec  $S_0$ , la concentration du substrat injecté (g · L<sup>-1</sup>, sur la base de la DCO ou de la MV),  $Q$ , le taux d'alimentation (L·jour<sup>-1</sup>),  $V$ , le volume du réacteur (L).

Le choix du TSH dépend de la nature du substrat et de sa difficulté à être digéré par les microorganismes. Compte tenu de la matrice complexe de notre matière première, le digesteur

anaérobie doit ainsi avoir un temps de séjour suffisant. Sur la base de différentes études bibliographiques ainsi que de précédentes études effectuées au sein de notre laboratoire (El Achkar *et al.*, 2016), le TSH de 30 jours s'est avéré le plus fréquemment utilisé durant la digestion anaérobie de nombreux déchets agro-industriels en mode continu (Kafle et Kim, 2013 ; Ruffino *et al.*, 2015). En outre, afin de maximiser la production de biogaz tout en maintenant la stabilité du milieu dans des digesteurs de type CSAD, il a été montré que la charge organique appliquée (COA) devait être comprise entre 0,25 et 3 kg DCO·m<sup>-3</sup>·j<sup>-1</sup> (Rajeshwari *et al.*, 2000). Afin de respecter cette gamme, nous avons choisi de travailler avec une charge de 2,301 kg MV·m<sup>-3</sup>·j<sup>-1</sup>. Les taux d'alimentation et de soutirage dans les différents digesteurs sont reliés au temps de séjour appliqué et sont calculés selon l'équation suivante (Eq.27) :

$$\text{Taux d'alimentation} = \frac{V_{\text{digesteur}}}{\text{TSH}} \quad (\text{Eq.27})$$

Où le taux d'alimentation s'exprime en (L · jour<sup>-1</sup>), le volume utile du digesteur (V digesteur) en L et le TSH en jours.

Pour maintenir un TSH stable de 30 jours tout au long de la digestion, 400 mL de digestat ont été alors évacués tous les jours et le même volume de fientes a été introduit dans le digesteur par l'intermédiaire d'une vanne de prélèvement et à l'aide d'une seringue en plastique de 100 mL (prélèvement et injection à 4 reprises). Des échantillons homogènes de fientes préparées ont été stockés à -20 °C jusqu'à utilisation.

Initialement, le réacteur a été rempli avec 12 litres d'inoculum du site de LIGER, choisi principalement pour son comportement stable. L'alimentation a commencé avec une COA de 0,575 kg MV·m<sup>-3</sup>·j<sup>-1</sup>, puis l'OLR a été progressivement augmenté (phase de démarrage) pour atteindre une charge de 2,30 kg MV·m<sup>-3</sup>·j<sup>-1</sup>. Quarante-cinq jours de montée en charge ont été nécessaires pour atteindre cet objectif, suivis de 60 jours, reflétant la période d'acclimatation. Dans l'ensemble, le réacteur a fonctionné pendant 145 jours (> 3 HRT) pour assurer la stabilité des paramètres physicochimiques et de la production de gaz, étant donné les problèmes de colmatage et d'arrêt que nous avons parfois rencontrés avec le réacteur. En effet, lorsque le réacteur est bouché, la circulation s'arrête pendant 1 à 2 jours et les actions d'alimentation et de soutirage cessent également afin que le digesteur reprenne son activité normale (Usack *et al.*, 2012). Cette

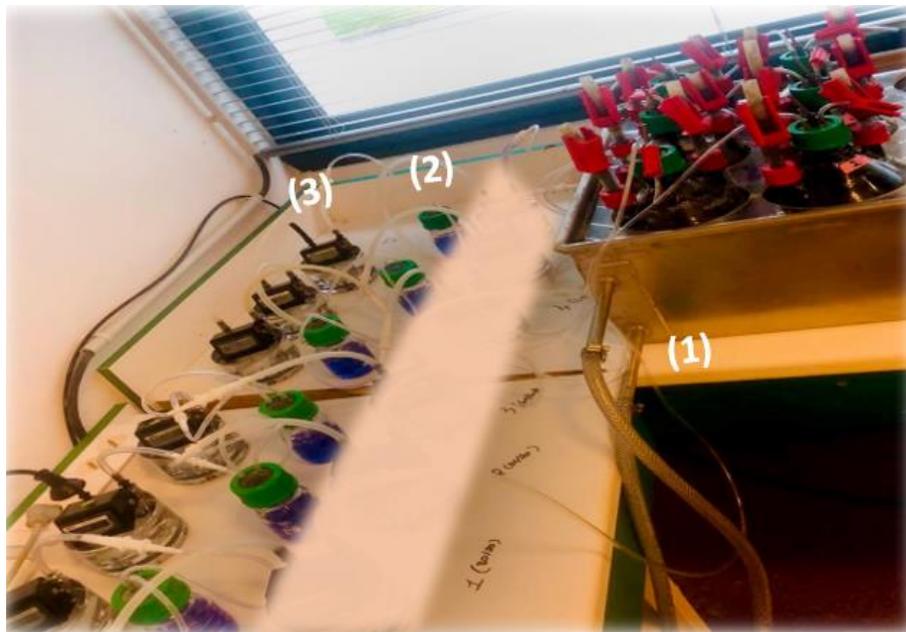
dernière a été récupérée immédiatement dans notre cas et ceci est bien observé dans les résultats stables décrits dans le chapitre V.

## II.4.2 Digesteurs de 2 litres

### II.4.2.1 Description et principe de fonctionnement

Ce système de mesure est constitué de quatre unités principales (Figure II.20) :

- L'unité d'incubation (1) est un bain-marie thermostaté (37 °C) qui contient des bioréacteurs de 2 L (Bioprocess Control, Lund, Suède). Chaque bioréacteur est équipé de deux tubulures obturables ; la première pour le soutirage du digestat et la seconde pour l'alimentation en substrat. L'agitation se fait manuellement deux fois par jour pendant une minute.
- Puis le biogaz produit passe par l'unité de fixation du CO<sub>2</sub> (2) constituée de bouteilles contenant une solution alcaline (80 mL de NaOH 3M) et de la thymolphthaléine comme indicateur de pH.
- Enfin, le volume de CH<sub>4</sub> libéré de cette unité est mesuré avec un compteur de gaz (type MGC-1 PMMA, Ritter, Allemagne) formant l'unité de mesure de méthane (3).



**Figure II.20 : Système des réacteurs de 2 litres en mode semi-continu : unité d'incubation (1), unité de fixation du CO<sub>2</sub> (2) et unité de mesure du volume de méthane (3)**

#### II.4.2.2 Conditions expérimentales : évaluation de l'effet des fientes aviaires avec de la boue physico-chimique sur la production de méthane en semi-continu

Afin d'évaluer l'effet de la co-digestion sur la digestion anaérobie des fientes aviaires en mode semi-continu, six bouteilles de 2 litres (digesteurs) ont été opérées sous une température de 37 °C en appliquant un TSH de 30 jours. Les fientes fraîches de poules pondeuses fournies par l'EPLFPA Le Gros Chêne Pontivy-France et les boues physico-chimiques provenant de l'abattoir des Volailles de Keranna Guisriff-France (préparation décrite dans le paragraphe II.1.1) ont été utilisées comme substrat et co-substrat dans cette manipulation.

Les bouteilles ont été réparties de la manière suivante :

- **Bouteilles 1 et 2** : fientes seules (100 % fientes et 0 % boues, sans co-digestion)
- **Bouteilles 3 et 4** : co-digestion avec ratio en MV 80/20 (80 % fientes et 20 % boues)
- **Bouteilles 5 et 6** : co-digestion avec ratio en MV 60/40 (60 % fientes et 40 % boues)

Le choix de la boue physico-chimique comme co-substrat est fait suite à la manipulation en mode batch effectuée où il a été obtenu une production de méthane élevée avec les boues physico-chimiques (plus élevée que celle obtenue avec les fientes) et le fait de son homogénéité facilitant sa récupération et sa préparation en comparaison aux autres déchets d'abattoir. Le choix des ratios de co-digestion est fait selon l'article Guillaume et Lendormi (2015) qui ont appliqué une co-digestion des lisiers de bovin avec de la graisse agro-industrielle. Cette dernière est ajoutée à différents taux (0, 10, 25, 45 et 60 %). Le calcul de ces ratios a été réalisé en se basant sur la DCO de chaque substrat (Guillaume et Lendormi, 2015).

Pour notre expérience, un choix de 25 % et 50 % du rapport boues/fientes (base DCO) a été réalisé pour observer leur effet sur le rendement de méthane.

En raison de la difficulté de l'analyse DCO, le calcul des masses nécessaires de substrats pour chaque mélange a été effectué sur la base de la matière volatile, ce qui correspond à des ratios 80 % fientes/20 % boues et 60 % fientes/40 % boues en fonction des valeurs de MV et des DCO des substrats.

La charge organique appliquée (COA) varie donc légèrement en fonction du ratio des substrats (Tableau II.4) :

**Tableau II.4 : Caractéristiques des bouteilles de 2 litres**

Bouteilles	Ratios	TSH (jours)	Taux d'alimentation (g·jour <sup>-1</sup> )	COA (g MV·L <sup>-1</sup> ·j <sup>-1</sup> )	Masse de fientes injectée par jour (g MV)	Masse de boues injectée par jour (g MV)	Masse MV totale injectée par jour (g MV)
1 et 2	100/0	30	66,67	2,17	4,34	0,00	4,34
3 et 4	80/20	30	66,67	2,04	3,26	0,82	4,08
5 et 6	60/40	30	66,67	1,92	2,31	1,54	3,85

Dans un premier temps, les 6 bouteilles de 2 litres ont été remplies d'inoculum frais du Gros chêne, afin d'accélérer la phase de démarrage. Les bouteilles ont été divisées en 3 duplicats contenant respectivement des ratios substrat/co-substrat de 100/0, 80/20 et 60/40. Le substrat et le co-substrat, préparés à l'avance ont été mélangés selon les ratios correspondants afin d'effectuer les injections dans les réacteurs. Les opérations d'alimentation et de retrait ont été effectuées quotidiennement. Pour maintenir un HRT stable de 30 jours tout au long de la digestion, 66,67 g de digestat ont été évacués quotidiennement et le même volume de substrat a été introduit dans le digesteur par la tubulure obturable, à l'aide d'une seringue en plastique de 100 mL. Initialement, le réacteur a été démarré avec les COA maximales précisés (pas de montée en charge). Les COA injectées quotidiennement étaient de 2,17, 2,04 et 1,92 g MV·L<sup>-1</sup>·j<sup>-1</sup> pour les 100/0, 80/20 et 60/40, respectivement. La charge organique n'a pas dépassé 3 g MV·L<sup>-1</sup>·j<sup>-1</sup>, de sorte que le risque d'inhibition par une COA élevée est faible (Rajeshwari *et al.*, 2000 ; Guillaume et Lendormi, 2015). Par conséquent, l'ajout des boues a diminué de façon négligeable le COA du mélange, mais il est resté dans la plage de 2 g MV·L<sup>-1</sup>·j<sup>-1</sup>. Ainsi, les conditions opératoires de cette manipulation sont très similaires à celles appliquées dans la partie précédente (réacteurs CSAD de 12 L). L'expérience a été menée sur 80 jours, durée nécessaire pour assurer la stabilité à la fois de la production de méthane et des paramètres physico-chimiques (Murto *et al.*, 2004 ; Aboudi *et al.*, 2015). Les productions de méthane sont obtenues à l'aide des compteurs de gaz ayant une plage de mesure comprise entre 1 mL et 1 L par heure. Le digesteur a été manuellement agité, 2 fois par jour pendant 1 minute.

### II.4.3 Méthodes analytiques de suivi des digesteurs

#### II.4.3.1 pH

Le pH est l'un des facteurs essentiels et un indicateur critique dans le processus anaérobie qui fournit une indication claire de la performance du système, y compris la stabilité de la digestion. Selon différentes études, pour une dégradation optimale du substrat la valeur du pH doit être maintenue entre 6,5 et 8,5 (Moletta, 2015) (Li *et al.*, 2019) (Divya *et al.*, 2015) (Cresson, 2011).

Afin de suivre la stabilité du processus de la DA en mode semi-continu des réacteurs CSAD et bouteilles de 2 litres, des mesures de pH ont été effectuées plusieurs fois par semaine sur le digestat soutiré de ces réacteurs en utilisant un pH de pailleuse (Fisher Scientific, accumet AE150 pH Benchtop Meter, Waltham, MA, USA).

#### II.4.3.2 Dosage de l'azote et du phosphore total

Le digestat récupéré à la fin de la DA est très riche en minéraux essentiels tels que l'azote et le phosphore. Pour cela il est connu pour son utilisation comme un fertilisant pour le sol. L'azote et le phosphore totaux peuvent aussi nous renseigner sur la stabilité du processus. Comme convenu dans le paragraphe II.2.5, les analyses de N et P totaux ont été effectuées par la méthode des tubes spectroquants.

#### II.4.3.3 Détermination du ratio FOS/TAC ou AVT/TAC (Titre Alcalimétrique Complet (TAC) et de l'Acidité Volatile Totale (AVT))

Le rapport FOS/TAC est un indicateur d'évaluation des processus de fermentation. Il tient compte de l'acidité et de l'alcalinité du système, ce qui permet de surveiller régulièrement le réacteur et d'évaluer le risque d'acidification. En effet, l'alcalinité (TAC, Titrage Alcalimétrique Complet) est une mesure du carbone inorganique total (teneur en carbonates, hydrogénocarbonates et bases fortes) de l'échantillon. Elle mesure le pouvoir tampon d'un digesteur anaérobie ainsi que sa capacité à maintenir un pH stable. Elle doit être maintenue au-dessus de 2 g eq.  $\text{CaCO}_3 \cdot \text{L}^{-1}$  afin d'éviter des chutes drastiques du pH (Mézes *et al.*, 2011 ; Moletta, 2015). La valeur FOS (AVT, acidité volatile totale ou FOS, « *Flüchtige Organische Säure* » en allemand ou *Free Organic Acids*) correspond à la teneur en acides organiques volatils comprenant moins de 6 carbones et d'autres acides volatils dissous. Elle doit être inférieure à 2 g eq.  $\text{CH}_3\text{COOH} \cdot \text{L}^{-1}$  pour éviter l'inhibition des

archées méthanogènes (Yadvika *et al.*, 2004). Globalement, le rapport FOS/TAC doit être inférieur à 0,4 (Callaghan *et al.*, 2002 ; Liu *et al.*, 2021).

Pour effectuer l'analyse FOS/TAC, le titrateur automatique AT1000 (Hash, DOC022.98.93074, 10/2020, Édition 8, Allemagne) a été utilisé. Un échantillon du digestat de 5 mL (pesé comme 5 g) est placé dans un bécher PP de 150 mL puis dilué avec 50 ml d'eau déminéralisée auquel on rajoute un barreau aimanté pour l'agitation. Le bécher est ensuite placé sur le titrateur et l'application FOS/TAC est lancée : une mesure initiale du pH est effectuée, puis le titrage démarre. L'échantillon est titré par 0,1 N ( $0.05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ) de solution d'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) jusqu'à pH 5,0 pour calculer la valeur TAC, exprimée en  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ). Ensuite, la valeur FOS est obtenue après une deuxième étape de titrage entre pH 5,0 et pH 4,4. Elle est exprimée en  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  d'acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ).

Le ratio FOS/TAC est calculé empiriquement selon **la méthode de Nordmann (DOC316.52.93087)**. Cette méthode est basée sur des expériences avec 20 mL d'échantillon et 0,1 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  de solution. La formule est adaptée avec un échantillon de 5 mL :

$$\text{Calcul de TAC : } TAC = \frac{A \times C_{tit} \times 50045}{V_{smp}} \quad (\text{Eq.28})$$

$$\text{Calcul de FOS : } FOS = ((B \times 4 \times 1,66) - 0,15) \times 500 \quad (\text{Eq.29})$$

Avec : A, Volume du titrant à pH 5,0 (mL) ;  $C_{tit}$ , Concentration du titrant (eq/L) ;  $V_{smp}$ , Volume d'échantillon (5 mL pour la méthode Nordmann) et B, Volume du titrant par différence à pH 4,4 (mL) = volume de titrant à pH 5,0 - volume de titrant à pH 4,4.

**Tableau II.5 : Ratios FOS/TAC et leurs indications (Mézes et al., 2011)**

<b>Ratios FOS/TAC</b>	<b>Indications</b>	<b>Suggestions d'actions</b>
<b>&gt; 0,6</b>	L'apport de biomasse est largement en excès	Arrêter l'ajout de biomasse
<b>0,5 – 0,6</b>	L'apport de biomasse est en excès	Ajouter moins de biomasse
<b>0,4 – 0,5</b>	L'apport de biomasse est maximal	Aucune (surveillance attentive du bioréacteur)
<b>0,3 – 0,4</b>	L'apport de biomasse est optimal	Maintenir l'apport de biomasse constant
<b>0,2 – 0,3</b>	L'apport de biomasse est faible	Augmenter progressivement l'apport de biomasse
<b>&lt;0,2</b>	L'apport de biomasse est beaucoup trop faible	Augmenter rapidement l'apport de biomasse

#### II.4.3.4 Évaluation de la biodégradabilité des composants biochimiques de l'intrant et du produit final

Quand le processus de DA s'est avéré stable, nous avons récupéré le digestat final et l'avons séché à 105 °C. Le fractionnement Van-Soest (protocole décrit dans le paragraphe II.2.6) et l'analyse Soxhlet (protocole décrit dans le paragraphe II.2.7) ont été effectués sur les résidus secs pour évaluer la teneur en fibres cellulosiques et en lipides, respectivement. Nous avons ensuite calculé le taux de réduction respectif selon l'équation suivante (**Eq.30**) :

$$\text{Taux de réduction (\%)} = \frac{\text{quantité dans le substrat} - \text{quantité dans le digestat final}}{\text{quantité dans le substrat}} \times 100 \quad (\text{Eq.30})$$

#### II.4.3.5 Analyse de la composition du biogaz à l'aide d'un GEOTECH 5000/QED

L'analyseur Geotech BIOGAS 5000 (Équipement scientifiques-ES, Garches, France) est un moniteur de gaz portable permettant de mesurer la composition précise des gaz dans les applications de biogaz. Les données recueillies par cet outil sont cohérentes et permettent de vérifier l'efficacité du processus de digestion. Connecté au réacteur, il analyse automatiquement le biogaz produit par ce dernier, en affichant la proportion exacte (en %) de CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>S.

## II.5 Optimisation de la DA des déchets aviaires

### II.5.1 Application de prétraitement thermique : hygiénisation

Suivant le règlement UE 142/2011, les substrats aviaires ont été hygiénisés avant leur introduction dans le réacteur. L'hygiénisation a été effectuée le jour même des manipulations. Les substrats aviaires ont été remplis dans des bouteilles de 500 mL et placé sur un agitateur à plaque chauffante (Stuart Co., Stone, Royaume-Uni), qui permet par la suite de chauffer les substrats à 70 °C pendant 1 heure sans interruption (conditions de l'hygiénisation européenne). Une fois prétraités, les substrats ont été laissés à température ambiante, puis ajoutés dans des digesteurs anaérobies afin d'effectuer les tests BMP. Le but de cette expérience est d'étudier l'effet de l'hygiénisation sur le BMP et la vitesse de production de méthane par les différents déchets aviaires (fientes et déchets d'abattoirs).

### II.5.2 Co-digestion des fientes avec de la boue physico-chimique

La co-digestion est un processus par lequel deux déchets organiques riches en énergie sont mélangés ensemble à différents ratios de mélange afin d'améliorer la dégradation du produit en question et la production de méthane.

Dans notre étude, une DA en mode semi-continu en utilisant les réacteurs de 2 litres (paragraphe II.4.2.1) a été effectuée afin d'étudier l'effet de la co-digestion des fientes aviaires avec de la boue physico-chimique. Le choix de la boue physico-chimique comme co-substrat est fait suite à sa richesse énergétique et sa dégradation facile. En plus, comme précisé précédemment, son homogénéité facilite sa récupération et sa préparation et il est obtenu des mélanges homogènes.

Le choix des ratios de co-digestion est fait selon l'article Guillaume et Lendormi (2015), et dans notre étude on a opté à une co-digestion des fientes avec 20 % et 40 % de boues physico-chimiques (calcul sur la base de MV).

Le substrat et co-substrat, préparés en avance (paragraphe II.1.1), ont été mélangés selon les ratios de co-digestion correspondants (Tableau II.6) afin de faire les injections dans les réacteurs.

**Tableau II.6 : Préparation des mélanges de substrats pour la co-digestion**

<b>Ratios de co-digestion</b>	<b>TSH (jours)</b>	<b>Taux d'alimentation (g·jour<sup>-1</sup>)</b>	<b>Masse de fientes injectées (g·jour<sup>-1</sup>)</b>	<b>Masse de boues injectées (g·jour<sup>-1</sup>)</b>
<b>100/0</b>	30	66,67	66,67	0,00
<b>80/20</b>	30	66,67	50,14	16,53
<b>60/40</b>	30	66,67	35,47	31,19

## II.6 Analyses statistiques des données

### II.6.1 Coefficient de corrélations linéaires

La corrélation mesure la relation entre deux variables. Le test de Pearson est un test statistique qui permet de déterminer une corrélation entre deux variables. Dans notre étude, nous l'avons utilisé pour montrer une corrélation claire entre différentes variables. Nous avons utilisé à cette fin, le programme SPSS® (Statistical Package for the Social Sciences, V20, SPSS Inc., Chicago, US) pour réaliser ce test. Pour la corrélation de Pearson, une valeur absolue du coefficient de corrélation ( $r = 1$ ) indique une relation linéaire parfaite. Une corrélation proche de 0 indique l'absence de relation linéaire entre les variables. Pour déterminer si la corrélation entre les variables est significative, la *p-value* doit être inférieure à un niveau de signification prédéterminé, généralement choisi à 0,05 ( $p \leq 0,05$ ).

### II.6.2 Test de comparaison des moyennes

La comparaison des moyennes est une méthode utilisée pour tester si les moyennes de population inconnues de deux groupes sont égales ou non. Le test de Tukey Kramer ou HSD (Honest Significant Difference) est un test statistique *post-hoc*, c'est-à-dire qu'il ne présuppose pas l'existence d'une hypothèse expérimentale préalablement définie. Le test est appliqué à l'aide du programme SPSS® afin de déterminer si la relation entre deux ou plusieurs ensembles de données est statistiquement significative. Il s'agit d'un test de comparaison multiple et s'applique lorsqu'il y a plus de deux moyennes à comparer. La différence moyenne est significative lorsque  $p\text{-value} < 0,05$ .

# ***Chapitre III. Digestion anaérobie des déchets aviaires : caractérisation biochimique des déchets et étude de l'influence de l'hygiénisation sur leur potentiel méthanogène***

**III. Chapitre III : Digestion anaérobie des déchets aviaires : caractérisation biochimique des déchets et étude de l'influence de l'hygiénisation sur leur potentiel méthanogène...**Error! Bookmark not defined.

**III.1 Caractérisation et détermination du potentiel méthanogène de différents déchets aviaires** .....Error! Bookmark not defined.

*III.1.1 Caractérisation des substrats et inoculum*..... **Error! Bookmark not defined.**

*III.1.2 Expérience en mode batch* ..... **Error! Bookmark not defined.**

*III.1.3 Modélisation cinétique* ..... **Error! Bookmark not defined.**

**III.2 L'influence de l'hygiénisation sur le potentiel méthanogène de différents déchets aviaires** .....Error! Bookmark not defined.

*III.2.1 Expérience en mode batch* ..... **Error! Bookmark not defined.**

*III.2.2 Comparaison du BMP entre substrats hygiénisés ou non hygiénisés***Error! Bookmark not defined.**

*III.2.3 Modélisation cinétique* ..... **Error! Bookmark not defined.**

**III.3 Conclusion** .....Error! Bookmark not defined.

### **III. Chapitre III : Digestion anaérobie des déchets aviaires : caractérisation biochimique des déchets et étude de l'influence de l'hygiénisation sur leur potentiel méthanogène**

Le développement de la filière aviaire a engendré une augmentation des déchets issus de la transformation des volailles. Afin de valoriser ces déchets, la digestion anaérobie (DA) est une technologie prometteuse qui permet la dégradation de la matière organique par l'action de microorganismes anaérobiques (en absence d'oxygène).

Le but de ce chapitre est de caractériser différents types de déchets aviaires et d'étudier leur pouvoir méthanogène. Deux manipulations de DA mésophiles en mode batch ont été effectuées. Dans la première partie de ce chapitre, le pouvoir méthanogène de 8 différents déchets aviaires issus de l'élevage et du processus d'abattage, ont été étudiés et comparés entre eux afin de déterminer l'effet de la composition biochimique sur la production de méthane.

La deuxième partie de ce chapitre détaille l'effet du prétraitement thermique, imposé par le règlement UE 142/2011, sur la performance de chaque substrat durant la DA. Il s'agit d'un traitement thermique à 70 °C pendant 1 heure de tous les sous-produits animaux avant leur utilisation comme substrat pour la DA afin de les pasteuriser et qui peut également avoir un effet positif sur la production de biogaz.

## III.1 Caractérisation et détermination du potentiel méthanogène de différents déchets aviaires

### III.1.1 Caractérisation des substrats et inoculum

Dans cette partie, 8 différents déchets aviaires ont été utilisés comme substrat : les fientes de poules pondeuses récupérées du Gros Chêne Pontivy-France et les déchets d'abattoirs des Volailles de Keranna Guiscriff-France (viscères, refus de tamisage 1 mm, refus de tamisage 6 mm, fientes d'abattoirs, graisses physico-chimiques, boues activées et boues physico-chimiques). Le digestat utilisé comme inoculum a été prélevé dans le méthaniseur mésophile du centre d'énergies renouvelables LIGER de Locminé-France (installation territoriale de traitement des déchets agroalimentaires et des déchets animaux). Ces déchets ont été préparés et caractérisés selon le paragraphe II.1.1. Leurs caractéristiques sont présentées dans le Tableau III.7. On observe une variation dans la teneur en matière organique (exprimé par la quantité de MS, MV et DCO) pour les 8 différents substrats. Pour les fientes de poules pondeuses la quantité de MS est de  $288,3 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$  ou 28,83 %, supérieure à celle obtenue par les fientes d'abattoirs ( $181,6 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$  ou 18,16 %). Le temps et la manière de récupération des fientes (fraîches ou ayant subi une période de stockage), la méthode d'élevage et la complexité des déjections aviaires peuvent être des raisons possibles de la différenciation de ces résultats (Sadaka et Engler, 2003). Wedwitschka *et al.*, 2020, reflète dans leur étude une large gamme de teneur en MS entre 28,6 % et 77 % pour les déjections aviaires (Wedwitschka *et al.*, 2020).

Concernant les déchets d'abattoir, les valeurs MS et MV varient pour chacun de ces déchets puisqu'après le processus d'abattage, les effluents produits sont traités par dégrillage, flottation, traitement physico-chimique et biologique avant rejet dans le milieu récepteur. Leur teneur en matière organique diminue donc au cours du traitement (Pasquier, 2020). Par exemple, les viscères (issu des lignes d'abattage), le refus de tamisage 1 mm et le refus de tamisage 6 mm (en entrée des stations d'épuration, appelé autrement refus de dégrillage) représentent une teneur élevée en MS (> 20 %) car ils sont principalement composés de protéines et de graisses animales (Yoon *et al.*, 2014a). Mais pour les boues physico-chimiques, les boues activées et les graisses physico-chimiques, issues des traitements des eaux usées après abattage, leurs valeurs MS sont inférieures à 5 %. L'analyse de la DCO n'a pu être réalisée que sur des échantillons dilués broyables et bien

homogènes. Pour cela, dans la suite de nos expérimentations, les calculs ont été effectués sur la base des matières volatiles (MV).

**Tableau III.7 : Caractéristiques des substrats et de l'inoculum**

Caractéristiques	Refus de tamisage 6 mm	Viscères	Fientes de poules pondeuses	Fientes d'abattoirs	Refus de tamisage 1 mm	Graisse physico-chimique	Boues physico-chimique	Boue activée	Inoculum Liger
Matières sèches ( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	257,2 ± 1,20	233,4 ± 0,19	288,3 ± 1,92	181,6 ± 0,63	268,5 ± 0,18	31,1 ± 0,02	49,2 ± 0,05	20 ± 0,01	59 ± 0,2
Matières volatiles ( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	238,4 ± 0,4	213,3 ± 2,05	204,8 ± 0,18	171,3 ± 0,3	251 ± 1,8	27,1 ± 0,55	42,8 ± 0,03	16,5 ± 0,6	34,6 ± 0,15
DCO ( $\text{gO}_2 \cdot \text{kg}^{-1}$ )	N.D	N.D	262 ± 14,95	N.D	356,7 ± 4,94	50,9 ± 2,13	67,3 ± 3,41	33,1 ± 2,60	N.D

### III.1.2 Expérience en mode batch

La DA réalisée en conditions mésophiles en utilisant Liger comme inoculum avec un ratio S/I de 0,4, montre une variabilité élevée au niveau des rendements de méthane obtenus par chacun des substrats utilisés. La valeur de BMP la plus élevée est obtenue par les viscères ( $0,774 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ,  $\text{SD} = 0,027 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ) suivi du tamis de 1 mm ( $0,731 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ,  $\text{SD} = 0,019 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ) puis du tamis de 6 mm ( $0,641 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ,  $\text{SD} = 0,029 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ) (Figure III.21). Ces substrats caractérisés par une teneur en matière organique élevée, sont riches en lipides, nutriments connus pour leur contenance énergétique élevée. Ware et Power (2016), ont rapporté dans leur étude sur les déchets d'abattoirs de bovins, que les BMP les plus élevées étaient générées pour les substrats les plus riches en MS, plus précisément avec une plus grande teneur en matières grasses, et *vice-versa* (Ware et Power, 2016a). En outre, des résultats similaires ont été rapportés dans une étude réalisée par Yoon *et al.*, 2014, sur la digestion anaérobie de différents déchets d'abattoirs de volailles, où ils ont mis en évidence l'importance des résidus intestinaux (viscères), à haute teneur en lipides, dans la récupération d'énergie par rapport aux autres déchets d'abattoirs de volailles. La valeur de BMP la plus élevée a également été enregistrée pour ce type de déchets ( $0,512 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ) (Yoon *et al.*, 2014a).

Après ces trois substrats, la graisse physico-chimique (graisse de flottation) et la boue physico-chimique (boue de flottation) présentent un BMP de  $0,500 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  ( $\text{SD} = 0,007 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ) et  $0,470 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  ( $\text{SD} = 0,035 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ )

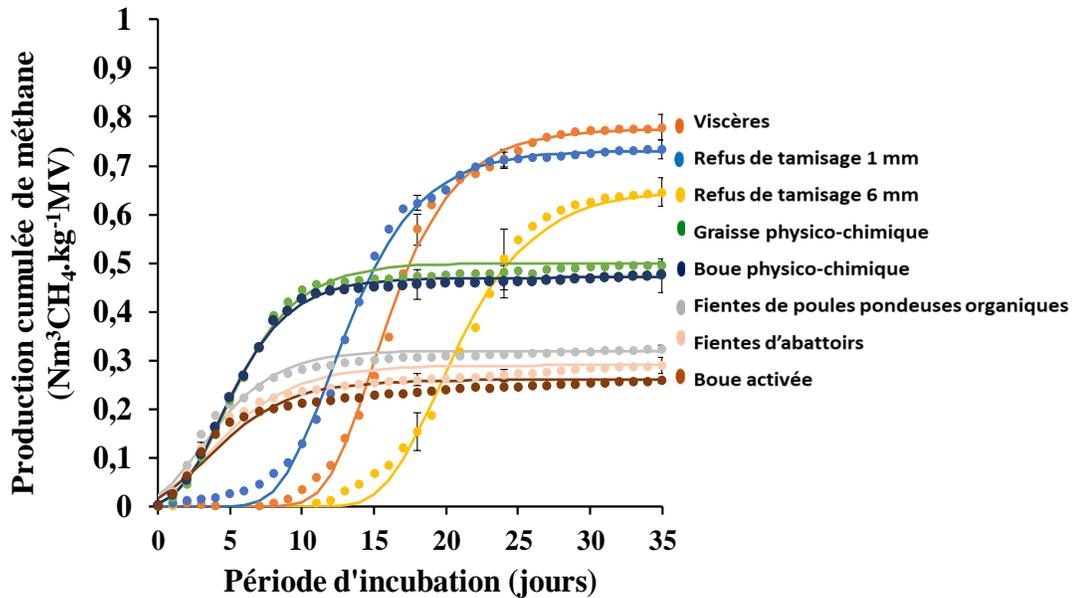
respectivement. Ces apports résultent du traitement primaire (traitement physico-chimique) des eaux usées après le processus d'abattage consistant à purifier l'eau et à éliminer au maximum les graisses (huiles) et les matières en suspension. La technique de flottation est souvent associée à un prétraitement physico-chimique utilisant un coagulant (ex :  $\text{FeCl}_3$ ) et un flocculant permettant ainsi la transformation de certains solutés (par exemple : protéines, métaux lourds) en flocons. Ceci provoque, avec le phénomène d'émulsions, une augmentation considérable de l'élimination des huiles et des graisses. Du fait de ce traitement, ces substrats sont carencés en nutriments (et surtout en azote) (Béline *et al.*, 2013) et ont une faible teneur en matière organique ( $\text{MS} < 5\%$ , Tableau III.7). Ces découvertes expliquent leur BMP inférieur aux autres déchets d'abattoirs.

Concernant les fientes aviaires, en comparant les BMP entre les deux types étudiés dans cette expérimentation, (fientes de poules pondeuses et fientes d'abattoir issues de la zone de débarquement) nous avons remarqué que les fientes de poules pondeuses ont un BMP plus élevé que celui obtenu avec les fientes d'abattoir ( $0,320 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ,  $\text{SD} = 0,007 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  et  $0,290 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ,  $\text{SD} = 0,016 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ , respectivement). Cette différence est définie par leur contenu en MS, qui est plus important pour les fientes de poules pondeuses (Tableau III.7). Le rendement de méthane obtenu par ces deux types de fientes aviaires est comparable à celui observé par d'autres études (Bi *et al.*, 2020a ; Wang *et al.*, 2018 ; Wedwitschka *et al.*, 2020). De plus, les déjections de volailles sont connues pour leur fraction élevée de matière biodégradable riche en azote organique et leur source de carbone relativement plus faible qui conduit à un processus de DA lent et infructueux accompagné d'une acidification précoce affectant la production de biogaz (Nasir *et al.*, 2012). C'est pourquoi le BMP des fientes de volaille est inférieur à tous les substrats précédemment cités.

Enfin, pour les boues activées, issues du traitement biologique secondaire des eaux usées, on note le BMP le plus faible ( $0,260 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ,  $\text{SD} = 0,003 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ). Cela est expliqué par leur teneur en MS très faible (presque 2 %), et un teneur en matière organique biodégradable faible du fait des prétraitements réalisés en amont (Bassompierre 2007).

Alors, comme mentionné précédemment, les valeurs de BMP dépendent de la teneur en eau et en matières organiques qui diffèrent suivant les substrats. Ils peuvent être formés par la panse, la graisse, les aliments non digérés, le sang dilué, les matières en suspension, l'urine, la viande en vrac, les protéines solubles et les excréments, entre autres. Outre les déjections de volailles, nous

pouvons conclure que les déchets d'abattoirs de volailles sont également des substrats intéressants pour le processus de DA.



**Figure III.21 : Évolution de la production cumulée de méthane ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ) pour différents substrats aviaires. Les lignes correspondent au modèle de Gompertz et les barres représentent l'écart type moyen**

### III.1.3 Modélisation cinétique

Le modèle de Gompertz, utilisé dans la Figure III.21, représente l'évolution de la production cumulée de  $\text{CH}_4$  en fonction du temps dans un réacteur en mode discontinu. Pour chaque substrat, les valeurs de  $\text{BMP}_0$ , (la production maximale du modèle), de  $R_{\text{max}}$  (vitesse de production maximale de méthane), la phase de latence ( $\lambda$ ) et  $R^2$  ont été déterminés (Tableau III.8). Comme il est abordé dans le paragraphe précédent, le  $\text{BMP}_0$  ainsi que le  $R_{\text{max}}$  varient entre chaque substrat selon sa teneur en matière organique et sa composition.

D'après la Figure III.21, les fientes de poules pondeuses, les fientes d'abattoir et les boues activées présentent une courbe exponentielle impliquant l'absence de phase de latence ( $\lambda = 0$ , Tableau III.8). En revanche, les graisses et boues physico-chimiques, les viscères, le refus de tamisage 1 mm et le refus de tamisage 6 mm présentent des courbes sigmoïdales en raison de la présence d'une phase de latence ( $\lambda = 1,48, 1,39, 11,7, 8,5$  et  $15,7$  jours respectivement) (Tableau III.8). Ce retard de production de méthane durant la période de dégradation initiale (phase

d'hydrolyse) met en évidence le retard de la croissance bactérienne affectant la désintégration des particules et le processus d'hydrolyse. Ces phénomènes pourraient être liés à la complexité de la composition de ces substrats à leur forte teneur en matières grasses provoquant une sorte d'inhibition du processus pour une période limitée (Yoon *et al.*, 2014a). Pour les viscères, tamis 1 mm et tamis 6 mm, la phase de latence est plus importante que pour les graisses et boues physico-chimiques reflétant leur composition plus complexe et leur richesse en lipides. Ces derniers peuvent causer des problèmes au cours du processus de DA. Les graisses neutres sont facilement hydrolysées en acides gras à longue chaîne (AGLC) tels que l'acide oléique, l'acide palmitoléique et l'acide linoléique qui ont un effet toxique aigu sur les micro-organismes impliqués dans la  $\beta$ -oxydation et les voies méthanogènes (Pereira *et al.*, 2004). Cela conduit à une accumulation de AGLC dans le réacteur, ce qui peut souvent entraver le processus de DA des graisses (Angelidaki et Ahring, 1994 ; Yoon *et al.*, 2014a). En plus, les bactéries oxydantes des AGLC sont à croissance lente (vitesse de croissance de 0,1 à 0,3 j<sup>-1</sup>) (Salminen et Rintala, 2002b) générant potentiellement une phase de latence lors de la DA de ces trois substrats. Sinon, la fraction élevée de lipides, connus pour leur rendement théorique élevé en CH<sub>4</sub>, explique le BMP le plus élevé observé après la DA de ces trois substrats (Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2019). D'autre part, il ne faut pas oublier que l'inoculum utilisé dans cette étude peut ne pas être préalablement exposé et adapté à ces types de substrats riches en lipides (Palatsi *et al.*, 2010).

Concernant le taux de production maximal de méthane (R<sub>max</sub>), il varie aussi selon le type de substrats. On remarque que la variation de ce paramètre est presque proportionnelle à la variation du BMP<sub>0</sub>. Plus le R<sub>max</sub> est élevé, plus la vitesse de production de méthane est élevée.

Au final, les paramètres cinétiques observés dans le Tableau III.8, reflètent une bonne adéquation du modèle de Gompertz aux résultats expérimentaux avec un R<sup>2</sup> élevé (> 0,9) et un faible SSE pour la totalité des substrats. Alors le modèle explique > 90 % de la variation totale des données sur la moyenne.

Tableau III.8 : Paramètres cinétiques du modèle de Gompertz pour chaque substrat

Substrats	Refus de tamisage 6 mm	Viscères	Fientes de poules pondeuses	Fientes d'abattoirs	Refus de tamisage 1 mm	Graisse physico-chimique	Boues physico-chimique	Boue activée
BMP <sub>0</sub> (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV)	0,641	0,774	0,320	0,290	0,731	0,500	0,470	0,260
Rmax (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV·jour <sup>-1</sup> )	0,065	0,089	0,041	0,031	0,079	0,062	0,062	0,029
λ (jour)	15,7	11,7	0	0	8,5	1,48	1,39	0
R <sup>2</sup> ajusté	0,994	0,998	0,978	0,938	0,997	0,990	0,997	0,936
SSE (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV) <sup>2</sup>	2,618	4,005	0,234	0,182	3,223	0,798	0,702	0,143

## III.2 L'influence de l'hygiénisation sur le potentiel méthanogène de différents déchets aviaires

### III.2.1 Expérience en mode batch

Les mêmes substrats et inoculum utilisés dans l'expérience détaillée dans le paragraphe précédent (III.1.1) ont été utilisés pour cette expérience. Les caractéristiques de ces derniers sont présentées dans le Tableau III.7 (du paragraphe III.1.1). Les conditions opératoires de la DA en mode batch ont été aussi conservées.

La seule différence entre ces deux manipulations est le prétraitement thermique par hygiénisation, appliqué aux substrats en amont du processus de DA afin de déterminer son effet sur la production de biogaz. L'hygiénisation des sous-produits animaux, tels que ceux issus de la filière aviaire avant d'entrer dans les digesteurs anaérobies est exigée par le règlement de la Commission Européenne UE 142/2011. Il s'agit d'un traitement thermique à 70 °C pendant 1 heure (Union Européenne 2011).

### III.2.2 Comparaison du BMP entre substrats hygiénisés ou non hygiénisés

Dans notre expérience l'hygiénisation a été utilisée comme un prétraitement afin de comparer les cinétiques de production de méthane. Selon la Figure III.22, on perçoit un effet variable de l'hygiénisation sur le potentiel méthanogène (BMP). Cet effet dépend de la nature et la composition du substrat.

Pour la majorité des substrats, une augmentation du rendement de méthane après leur hygiénisation (Figure III.22) a été observée. Le gain de méthane varie de 1 % à 37 %. Le plus important était obtenu avec les boues physico-chimiques dont le BMP a augmenté de  $0,470 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  à  $0,642 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  (gain de 37 %) après prétraitement tandis que le plus faible est obtenu avec les graisses physico-chimiques (gain de 1 %). Les viscères sont le seul substrat ne présentant pas une hausse de production de méthane, mais par contre une légère diminution du BMP de  $0,774 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  à  $0,755 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ .

Des études antérieures ont révélé que les prétraitements à des températures inférieures à  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  sont très efficaces pour augmenter la production de biogaz (Gavala *et al.*, 2003 ; Climent *et al.*, 2007). Autre que son effet de diminuer le nombre de germes pathogènes des produits, l'hygiénisation favorise la solubilisation et la dégradation de la matière organique dans les substrats et convertit les substances chimiques complexes en substances plus simples. Le traitement peut également entraîner une modification morphologique des particules de substrat, rendant le processus d'hydrolyse beaucoup plus facile (Luste *et al.*, 2009 ; Luste et Luostarinen, 2010). Plusieurs études sont focalisées sur l'effet de l'hygiénisation sur le rendement de méthane : un prétraitement thermique léger induit une augmentation du rendement de méthane qui varie dans la plupart des cas entre 0 et + 50 % selon le type de substrat (Edström *et al.*, 2003; Chamaa, 2017 ; Liu *et al.*, 2018b). Par exemple, Liu *et al.*, 2018 ont étudié l'effet de l'hygiénisation sur la DA de différents déchets organiques et ont constaté une augmentation significative des potentiels de méthane pour le foie de porc (+8,6 %), le refus de tamisage d'un abattoir porcin (+11,1 %), les boues épaissies municipales (+12,5 %) et le digestat issu du réservoir d'hydrolyse (+18,0 %). Mais aucune amélioration n'a été observée pour le lisier de bovin, le lisier de raclage de bovin et les boues de la STEP urbaine (Liu *et al.*, 2018b). Toutes ces observations expliquent l'augmentation de la production de méthane observé dans nos essais après hygiénisation mais qui varie selon chaque type de substrat. Au contraire, Ware et Power (2016) ont testé dans leur étude l'effet de la pasteurisation sur différents déchets de bétails et ont remarqué une augmentation du rendement de méthane (18,8 %) avec les déchets d'abattoir de porc mais pas avec les déchets d'abattoir aviaires à cause de l'accumulation d'acides gras à longue chaîne (AGLC) causant une augmentation de la durée de la phase d'hydrolyse (Ware et Power, 2016a). Rodríguez-Abalde *et al.*, 2011 ont obtenu des résultats similaires à Ware et Power (2016) en reflétant une diminution du rendement de méthane avec les déchets aviaires pasteurisés ( $70 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant 1 heure) à cause de leur richesse en

glucides. Selon Rodríguez-Abalde *et al.*, 2011, ces derniers génèrent, après prétraitement thermique, des composés à faible biodégradabilité produits par les réactions de Maillard ce qui pourrait expliquer la faible biodisponibilité observée pour ces déchets (Rodríguez-Abalde *et al.*, 2011). Les résultats obtenus par Ware et Power (2016) et Abalde *et al.*, 2011 ne sont pas comparables à la totalité de nos résultats concernant les déchets aviaires mais peuvent expliquer la faible augmentation du BMP avec la graisse physico-chimique ou même la légère diminution du BMP avec les viscères à cause de leur teneur en matières grasses provoquant l'accumulation des AGLC. Comme déjà mentionné dans les paragraphes précédents, les déchets aviaires sont très complexes et plusieurs facteurs affectent leur composition biochimique. Cela peut être une raison de cette fluctuation des résultats.

Un autre facteur qui peut affecter nos résultats est l'inoculum utilisé. Liger est un inoculum très adapté à ces types de substrats puisqu'il est le produit du traitement de déchets agroalimentaires et de déchets animaux (détaillé aussi dans le chapitre suivant). Alors il est bien formé par des bactéries tolérantes à toutes sortes de molécules inhibitrices (ammoniac, AGV, AGLC...). L'hygiénisation renforce la dégradation des macromolécules en molécules plus simples, en générant des intermédiaires qui, à un seuil donné peuvent causer l'inhibition du processus et la diminution de la production de méthane. Ce phénomène n'est pas observé dans notre étude à cause du choix de notre inoculum Liger.

Le manque d'analyses supplémentaires concernant la composition biochimique en matières (protéines, lipides, glucides...) des 8 substrats utilisés dans notre étude, ne permet donc pas de savoir la cause exacte de la variation de l'augmentation du rendement de méthane. Mais comme mentionné ci-dessus, les lipides et les glucides peuvent avoir un effet négatif sur le BMP. Par contre il est connu que le résultat de l'hydrolyse des protéines est la libération d'acides aminés et la formation d'azote ammoniacal. Ces molécules ont différents rôles pour les bactéries. Elles peuvent intervenir dans le métabolisme de la cellule comme source d'énergie ou comme constituant de nouvelles protéines. Alors elles sont indispensables pour la croissance des bactéries et archées méthanogènes. Cela peut être une raison d'obtention d'un rendement de méthane plus élevé avec certains substrats.

De plus, il ne faut pas oublier l'importance de l'hygiénisation dans la destruction des microorganismes pathogènes. Elle inactive des agents pathogènes avant d'entrer dans les

digesteurs et empêche leur multiplication (Bendixen 1999 ; Liu *et al.*, 2018b). Cela aussi peut induire un renforcement de l'activité des micro-organismes méthanogènes.

Il paraît donc que l'impact de l'hygiénisation sur la production de méthane est très variable. Il est donc nécessaire d'y apporter une attention toute particulière lors de la conduite des installations de méthanisation, d'autant plus, que ce procédé thermique est destiné à se développer pour des raisons sanitaires évidentes.

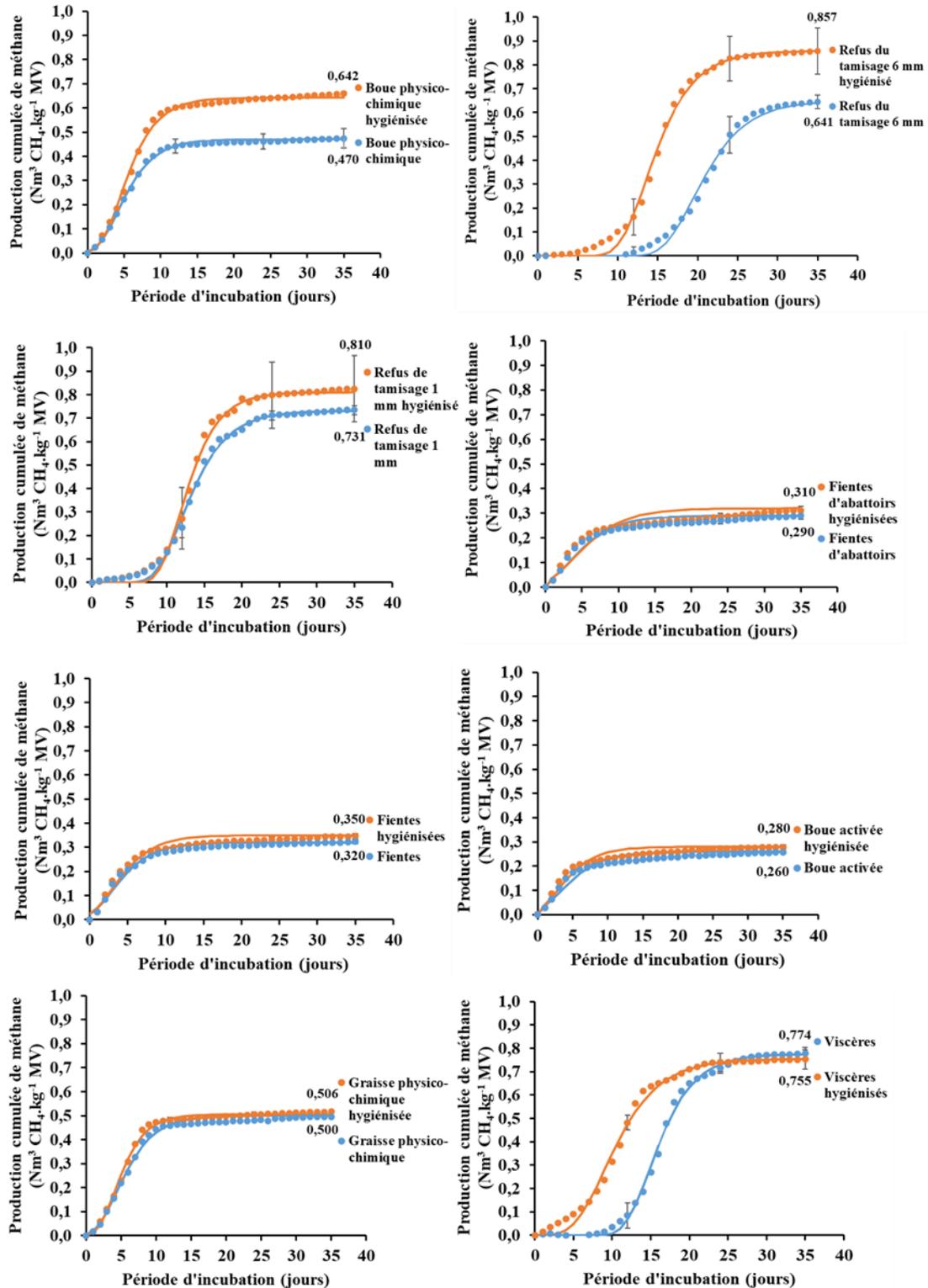


Figure III.22 : Comparaison de la production cumulée de méthane ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ) de 8 types de substrats aviaires hygiénisés ou non pendant 35 jours

### III.2.3 Modélisation cinétique

L'évolution du BMP a été modélisée en utilisant le modèle de Gompertz (Figure III.22) qui permet d'identifier une éventuelle phase initiale de latence ( $\lambda$ ), le taux de production maximal de méthane ( $R_{max}$ ) et la production maximale ( $BMP_0$ ). Ces paramètres sont détaillés dans le Tableau III.9 qui présente aussi une comparaison claire entre les paramètres obtenus avec les substrats hygiénisés à ceux non hygiénisés.

Comme déjà détaillé dans le paragraphe précédent, les  $BMP_0$  et le gain de méthane varient selon chaque type de substrat et selon sa composition biochimique. En termes de BMP, le plus élevé est obtenu avec les viscères très riche en lipides. Mais en termes de gain de méthane, les boues physico-chimiques pré-hygiénisés reflètent le gain maximal de 37 % et les viscères le minimal de -3 % qui peut être causé par leur teneur élevée en lipide engendrant l'accumulation des AGLC puis une limitation du processus.

Le taux de production maximal de méthane ( $R_{max}$ ) varie aussi selon le type de substrats. Plus le  $R_{max}$  est élevé, plus la vitesse maximale de production de méthane est élevée. Une augmentation du  $R_{max}$  est observée pour la plupart des substrats après hygiénisation sauf pour les viscères où il diminue légèrement.

Le paramètre le plus important à détailler dans cette partie est la phase de latence  $\lambda$ . Selon la Figure III.22 et le Tableau III.9, on remarque la présence d'un retard de production de méthane durant la période de dégradation initiale (phase d'hydrolyse) pour certains substrats. Comme on a déjà détaillé dans le paragraphe (III.1.3) ce retard peut être lié à la complexité de la composition de ces substrats à forte teneur en matières grasses (Yoon *et al.*, 2014a). Après hygiénisation, il est remarquable que la phase de latence n'ait pas changé pour la majorité des substrats, sauf pour les refus de tamisage 6 mm et les viscères qui reflètent une réduction importante de  $\lambda$  (de 5 et 7 jours respectivement). Ainsi, l'hygiénisation a baissé la phase de latence de la dégradation des viscères mais sans augmenter leur BMP. Alors, la pré-hygiénisation agit sur la phase d'hydrolyse et renforce la dégradation des macromolécules constituant le substrat d'où son effet positif sur la phase de latence (Luste *et al.*, 2009 ; Luste et Luostarinen 2010).

Enfin les valeurs de  $R^2$  ajusté entre 0,93 et 0,99 et les faibles SSE reflètent une bonne adéquation du modèle aux résultats expérimentaux.

**Tableau III.9 : Paramètres cinétiques du modèle de Gompertz pour chaque substrat hygiénisé ou non hygiénisé**

Substrat	BMP <sub>0</sub> (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV)	R <sub>m</sub> (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV·jour <sup>-1</sup> )	λ (jour)	R <sup>2</sup> ajusté	SSE (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV) <sup>2</sup>	% de gain/ perte de BMP
Boues physico-chimiques	0,470	0,062	1,38	0,997	0,702	37
Boues physico-chimiques hygiénisés	0,642	0,087	1,98	0,997	1,428	
Refus de tamisage 6 mm	0,641	0,065	15,73	0,994	2,618	34
Refus de tamisage 6 mm hygiénisés	0,857	0,098	10,45	0,997	4,656	
Refus de tamisage 1 mm	0,731	0,079	8,51	0,997	3,223	11
Refus de tamisage 1 mm hygiénisés	0,810	0,109	9,20	0,994	4,118	
Fientes d'abattoirs	0,290	0,031	0,00	0,938	0,182	10
Fientes d'abattoirs hygiénisées	0,320	0,031	0,00	0,877	0,196	
Fientes	0,320	0,041	0,00	0,978	0,234	9
Fientes hygiénisées	0,350	0,043	0,00	0,949	0,949	
Boues activées	0,260	0,029	0,00	0,936	0,143	8
Boues activées hygiénisées	0,280	0,035	0,00	0,932	0,160	
Graisses physico-chimiques	0,500	0,062	1,48	0,990	0,798	1
Graisses physico-chimiques hygiénisées	0,506	0,082	2,04	0,996	0,852	
Viscères	0,774	0,089	11,67	0,998	4,005	-3
Viscères hygiénisées	0,755	0,070	4,88	0,994	2,828	

### III.3 Conclusion

Dans cette partie, nous avons étudié les caractéristiques et le pouvoir méthanogène de différents déchets aviaires. Nous pouvons conclure que les déchets aviaires (fientes et déchets d'abattoirs) sont riches en matière organique, permettant leur utilisation comme substrats pour la production de biogaz par digestion anaérobie. Le BMP diffère selon chaque type de déchets aviaires et selon leur composition. Le BMP le plus élevé était obtenu avec les viscères (0,774 Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup> MV, SD = 0,027 Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup> MV) suivi du tamis de 1 mm (0,731 Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup> MV, SD = 0,019 Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup> MV) puis tamis de 6 mm (0,641

$\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ,  $\text{SD} = 0,029 \text{ Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ), caractérisés par la teneur en MV la plus élevée. Et le plus faible avec les boues activées ( $0,260 \text{ Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ,  $\text{SD} = 0,003 \text{ Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ) ayant une teneur en MV très faible (presque 2 %). Par contre une phase de latence importante est observée pour certains substrats (viscères et refus de tamisage) reflétant une extension de la phase d'hydrolyse en raison de la forte teneur en matières grasses.

D'autre part, l'application de l'hygiénisation selon la réglementation est importante pour la destruction d'un grand nombre de germes pathogènes du substrat avant incorporation dans les digesteurs. Ce traitement thermique a modifié, de façon très variable, la production de méthane. Dans notre étude, nous avons remarqué un effet positif de l'hygiénisation sur la majorité des substrats. Une augmentation du rendement de méthane est observée avec les substrats pré-hygiénisés dont les boues physico-chimiques marquent le gain le plus important (37 %). Une diminution de la phase de latence de 5 et 7 jours est observée chez les refus de tamisage 6 mm et les viscères pré-hygiénisés respectivement, indiquant le renforcement de la dégradation des substrats par le prétraitement thermique appliqué.

# ***Chapitre IV. Optimisation des conditions opératoires de la digestion anaérobie des fientes aviaires en mode batch***

<b>IV. Chapitre IV : Optimisation des conditions opératoires de la digestion anaérobie des fientes aviaires en mode batch</b> .....	Error! Bookmark not defined.
<b>IV.1 Influence du ratio S/I et de l'inoculum sur le potentiel méthanogène et la constante d'hydrolyse</b> .....	Error! Bookmark not defined.
IV.1.1 Caractérisation des fientes aviaires et inocula .....	Error! Bookmark not defined.
IV.1.2 Expérience en mode batch .....	Error! Bookmark not defined.
IV.1.3 Modélisation cinétique .....	Error! Bookmark not defined.
IV.1.4 Étude statistique .....	Error! Bookmark not defined.
<b>IV.2 L'influence de l'ammoniac sur le potentiel méthanogène des fientes aviaires</b> Error! Bookmark not defined.	
IV.2.1 Expérience en mode batch .....	Error! Bookmark not defined.
IV.2.2 Modélisation cinétique .....	Error! Bookmark not defined.
IV.2.3 Étude statistique .....	Error! Bookmark not defined.
<b>IV.3 Influence du temps de stockage des fientes aviaires sur le potentiel méthanogène</b> .....	Error! Bookmark not defined.
IV.3.1 Caractérisation des fientes aviaires et inoculum .....	Error! Bookmark not defined.
IV.3.2 Expérience en mode batch .....	Error! Bookmark not defined.
IV.3.3 Modélisation cinétique .....	Error! Bookmark not defined.
IV.3.4 Étude statistique .....	Error! Bookmark not defined.
<b>IV.4 Conclusion</b> .....	Error! Bookmark not defined.

## **IV. Chapitre IV : Optimisation des conditions opératoires de la digestion anaérobie des fientes aviaires en mode batch**

Ce chapitre traite uniquement des fientes aviaires après avoir déterminé le potentiel méthanogène de plusieurs déchets aviaires dans le chapitre précédent, puisque les fientes sont les déchets avicoles les moins valorisés énergétiquement de nos jours. Les déchets d'abattoirs préalablement cités sont utilisés pour la fabrication d'aliments pour les chiens et les chats à cause de leur richesse en protéines et éléments nutritifs (petfood). Les fientes restent problématiques et leur épandage direct sur le sol sans prétraitement est possiblement dommageable pour le milieu naturel. Alors elles sont souvent stockées sous fumière pour 9 mois au maximum avant épandage.

Le chapitre IV sert à étudier l'effet de différents facteurs tels que le ratio substrat/inoculum (S/I), la nature de l'inoculum, la concentration en ammoniac et du temps de stockage sur la production de méthane des fientes aviaires. Une optimisation des conditions opératoires de digestion des fientes aviaires en mode batch est recherchée avant de passer en mode semi-continu. Trois expériences de DA mésophile en mode batch ont été effectuées. La première avec des ratios S/I et une nature de l'inoculum variable afin de déterminer leur effet sur le  $BMP_0$  et  $K_H$  (cinétique du premier ordre). La deuxième en introduisant des concentrations d'ammoniac entre 5,8 et 33,8 g  $N-NH_3 \cdot L^{-1}$  pour mettre en évidence la concentration d'ammoniac à partir de laquelle une inhibition du processus apparait. La troisième en utilisant 5 lots de fientes récupérés à différents temps de stockage afin d'observer l'effet de ce dernier sur la production de méthane.

## IV.1 Influence du ratio S/I et de l'inoculum sur le potentiel méthanogène et la constante d'hydrolyse

### IV.1.1 Caractérisation des fientes aviaires et inocula

Les caractéristiques des fientes de poules pondeuses (utilisées comme substrat) et des 2 inocula utilisés dans cette étude sont présentés dans le Tableau IV.10. Les fientes sont des produits très complexes et leurs caractéristiques dépendent de plusieurs facteurs : la nutrition des volailles, humidité ou sécheresse, quantité de paille...

Dans notre première étude, les fientes ont été récupérées sur le tapis roulant qui est divisé en 3 parties et chaque jour une partie de celui-ci est vidée afin que les fientes n'aient pas plus de 3 jours. Elles ont été préparées puis caractérisées. Leur teneur en matières sèches (MS) était de  $437 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$  (43,7 %). Une étude effectuée par Wedwitschka *et al.*, 2020 sur la digestion anaérobie des fientes aviaires, reflète une large gamme de valeur de MS entre 28,6 % et 77 % avec une moyenne de 48,3 % qui est proche de notre valeur (Wedwitschka *et al.*, 2020). D'autres études montrent un pourcentage de MS des fientes diluées (presque de 47 %) aussi proche de celui des fientes que nous avons utilisées. (El Jalil *et al.*, 2001 ; Indren *et al.*, 2020). On remarque aussi que la quantité de MS pour les fientes utilisées dans cette partie est supérieure à celle trouvée pour les fientes utilisées dans le chapitre précédent ( $288,3 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$  ou 28,83 %). Malgré la même origine de ces déjections, la différence au niveau de la MS reflète de leur fraîcheur respective, du temps de récupération de ces sous-produits du tapis roulant placé sous la poule pondeuse et de leur niveau de séchage. Ainsi, le lot de fientes utilisé dans ce chapitre n'a pas été récupéré lorsque la première partie de la bande est vidée le premier jour ce qui explique sa teneur en MS la plus élevée (il a été séché sur la bande transporteuse donc la valeur de MS évolue). Le lot utilisé précédemment peut être récupéré directement le premier jour ce qui explique sa fraîcheur et sa plus faible teneur en MS.

La quantité de MV obtenue était de  $270 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$  (27 %) de matière brute c'est-à-dire  $617 \text{ g}\cdot\text{kg}^{-1}$  de MS (61,7 % MV/MS). Cette valeur est aussi comparable à celle obtenue dans l'étude de Wedwitschka *et al.*, 2020, où le pourcentage moyen de MV était de 69,5 % et dans l'étude de Rahman *et al.*, 2018 qui donne une valeur de MV des fientes aviaires de 24,18 % de matière brute (Rahman *et al.*, 2018 ; Wedwitschka *et al.*, 2020).

L'analyse de la demande chimique en oxygène (DCO) des fientes aviaires était difficile à obtenir. Des valeurs non répétables ont été obtenues à chaque répétition de l'analyse. Cela peut être causé par la complexité des fientes et la non-homogénéité de l'échantillon après sa dilution pour l'analyse DCO. La majorité des articles étudiant les caractéristiques des fientes aviaires ne mentionnent pas la valeur de DCO peut-être à cause de ces difficultés. Par contre, le rapport DCO/MS qui est égale à 0,93 g DCO / g MS dans notre étude est proche de celui obtenu par Rodriguez-Verde *et al.*, 2018 (0,97 g DCO / g MS) pour les fumiers de volailles en tenant compte des impuretés dans les fientes (Rodriguez-Verde *et al.*, 2018).

En plus, les fientes sont des produits très riches en minéraux et en oligo-éléments. La teneur en azote ammoniacal total TAN ou NH<sub>3</sub> de 3,83 g·kg<sup>-1</sup>MB est compatible avec la littérature affichant 4 g·kg<sup>-1</sup>MB pour les litières de poulet (Marchioro *et al.*, 2018).

**Tableau IV.10 : Caractéristiques physico-chimiques du substrat et inocula**

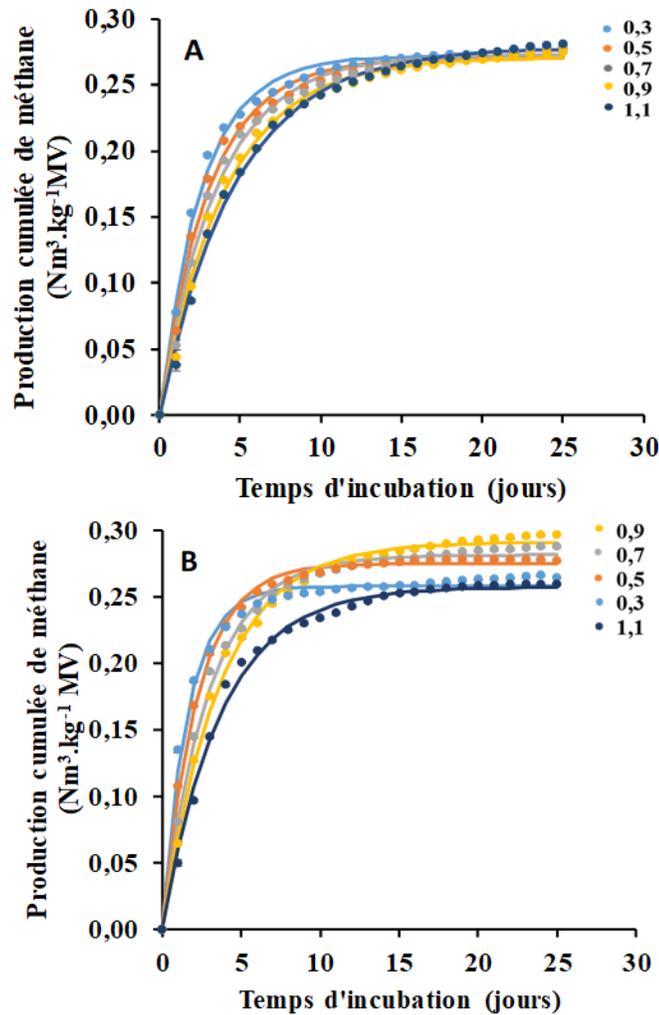
Caractéristiques	Fientes	Liger inoculum	Saint-Brieuc inoculum
Matières sèches (g·kg <sup>-1</sup> )	437 ± 0,1	62,1	43,7
Matières volatiles (g·kg <sup>-1</sup> )	270 ± 0,2	40,7	24,5
DCO (gO <sub>2</sub> ·kg <sup>-1</sup> )	410,6 ± 3,6	69,3 ± 1,7	47,3 ± 1,7
NH <sub>3</sub> (g N-NH <sub>3</sub> ·kg <sup>-1</sup> )	3,83	5,81	0,96
NTK (g N-NTK·kg <sup>-1</sup> )	18,4 ± 0,04	9,01 ± 0,12	1,07 ± 0,02
pH	6,5	8,2	7,1
DCO/NTK	22,3	7,69	44,2

Concernant les inocula utilisés, Liger présente une teneur en matière sèche plus élevée (62,1 g·kg<sup>-1</sup>) à celle de Saint-Brieuc (43,7 g·kg<sup>-1</sup>) en raison de la différence de l'origine et de la composition de ces deux inocula ; Liger est obtenu après traitement des déchets agroalimentaires et des déchets animaux, ce qui explique sa teneur en MS la plus élevée par comparaison à Saint-Brieuc, issue de la station d'épuration urbaine. On remarque en plus la teneur élevée de NH<sub>3</sub> chez Liger (5,81 g·kg<sup>-1</sup>) par rapport à celle de Saint-Brieuc (0,96 g·kg<sup>-1</sup>). Le NH<sub>3</sub> provient de la dégradation des déchets riches en protéines et en produits azotés, ce qui est le cas pour l'inoculum Liger, le produit de la DA des déchets agroalimentaires et des déchets animaux. Cette

caractéristique lui donne à cet inoculum la capacité de tolérance élevée puisque le consortium microbien le formant est adapté à des concentrations élevées en azote ammoniacal total.

#### IV.1.2 Expérience en mode batch

Cette expérience de DA en mode batch avec les fientes aviaires comme substrat, est effectuée afin de déterminer l'influence du ratio S/I et de la nature de l'inoculum sur le  $BMP_0$  et  $K_H$ . Selon la Figure IV.23 montrant l'évolution de la production cumulée de méthane ( $Nm^3 CH_4 \cdot kg^{-1} MV$ ) en fonction du rapport substrat/inoculum (S/I) et de la nature de l'inoculum (A : inoculum Liger et B : inoculum Saint Briec) avec les lignes qui représentent la modélisation cinétique (modèle exponentiel, détaillé dans le paragraphe suivant), on remarque que lors de l'utilisation d'inoculum Liger (Figure IV.23 . A) avec des rapports S/I variables (de 0,3 à 1,1), le  $BMP_0$  obtenu est quasiment le même (moyenne =  $0,272 Nm^3 CH_4 \cdot kg^{-1} MV$ ) ce qui explique la superposition des courbes. Cependant, avec l'inoculum Saint-Briec (Figure IV.23 . B), le  $BMP$  augmente lorsque le rapport S/I passe de 0,3 à 0,9 ( $0,258 Nm^3 CH_4 \cdot kg^{-1} MV$  et  $0,291 Nm^3 CH_4 \cdot kg^{-1} MV$ , respectivement) puis diminue à  $0,257 Nm^3 CH_4 \cdot kg^{-1} MV$  lorsque S/I atteint 1,1 (perte de 14 % de la production de méthane). A noter, qu'à la fin de la manipulation, aucune diminution du pH n'est observée. Il a été rapporté que lorsque S/I augmente, la production de biogaz s'améliore. Mais à forte concentration en substrat dépassant la capacité du système, le rendement en méthane diminue en raison d'un taux d'hydrolyse plus faible et de l'inhibition de l'activité méthanogène (Abbassi-Guendouz *et al.*, 2012 ; Liotta *et al.*, 2014 ; Indren *et al.*, 2020).



**Figure IV.23 : Evolution de la production cumulée de méthane ( $\text{Nm}^3 \text{CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MV}$ ) en fonction du rapport substrat/inoculum (S/I) et de la nature de l'inoculum (A : inoculum Liger et B : inoculum Saint Brieuc), les lignes représentent le modèle exponentiel :**

$$BMP = BMP_0 [1 - e^{-tK_H}]$$

#### IV.1.3 Modélisation cinétique

Dans cette étude, comme aucune phase de latence n'est observée au début de la DA, une modélisation cinétique de premier ordre pour la production de méthane a été utilisée pour estimer le potentiel méthanogène maximal ( $BMP_0$ ), la constante d'hydrolyse globale  $K_H$  ( $\text{jour}^{-1}$ ) et pour caractériser les performances de la DA. Le Tableau IV.11 représente ses paramètres. Un  $BMP_0$  identique est obtenue avec les deux inocula utilisés avec une moyenne de  $0,272 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ . Selon le *Bundesministerium für Ernährung und Landwirtschaft* (Ministère Fédéral de l'Alimentation et de l'Agriculture, Allemagne, 2012), le BMP du fumier de poulet est de  $280 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ , et est le plus élevé par comparaison aux fumiers des autres animaux

(FNR, 2012). Cette valeur est quasiment la même obtenue dans notre étude. Par contre dans d'autres études, les BMP des déjections aviaires observés étaient inférieurs au résultat de notre étude :  $159 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  (Rodriguez-Verde *et al.*, 2018),  $201,41 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  (Rahman *et al.*, 2018),  $74 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  (Marchioro *et al.*, 2018) et  $135 \pm 20 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  (Wedwitschka *et al.*, 2020). Une raison possible de ces résultats différents dans diverses études est la complexité des déjections aviaires utilisées comme substrat. Le temps et la manière de récupération des fientes (fraîches ou ayant subi une période de stockage), les différences de composition physique et chimique dues à la méthode d'élevage ainsi qu'à l'utilisation et au type de matériau de litière, ont des effets sur la production de méthane.

Le  $K_H$  le plus élevé est obtenu avec un rapport S/I de 0,3 lors de l'utilisation de l'inoculum Liger ou Saint-Brieuc (respectivement  $0,381 \text{ jour}^{-1}$  et  $0,616 \text{ jour}^{-1}$ ) et il diminue progressivement lorsque le S/I augmente ( $0,212 \text{ jour}^{-1}$  et  $0,269 \text{ jour}^{-1}$  respectivement à un S/I de 1,1) (Figure IV.24). Cela reflète qu'à faible S/I la dégradation est plus rapide. De plus, cette constante d'hydrolyse est plus élevée avec l'inoculum de Saint-Brieuc par rapport à celui de Liger pour tous les rapports S/I (Tableau IV.11). Ceci peut s'expliquer par la communauté bactérienne différente caractérisant chaque inoculum ; celui de Saint-Brieuc a un accès aux nutriments plus rapide que celui de Liger mais la dégradation plus rapide observée avec Saint-Brieuc donne des BMP plus faibles à un S/I de 0,3 et 1,1 en comparaison aux BMP de Liger stables pour tous les rapports S/I. La communauté bactérienne caractérisant Liger est plus acclimatée à ce type de déchets, puisque Liger est obtenu après un traitement des déchets agroalimentaires et des déchets animaux donc il pourrait être formé par des bactéries syntrophiques comme le phylum Firmicutes, responsable de la dégradation des AGV, raison pour laquelle le BMP est plus stable (De Vrieze *et al.*, 2015). À noter que nous avons obtenu un  $R^2 > 0,99$  dans tous les cas, ce qui implique une bonne adéquation du modèle aux valeurs expérimentales.

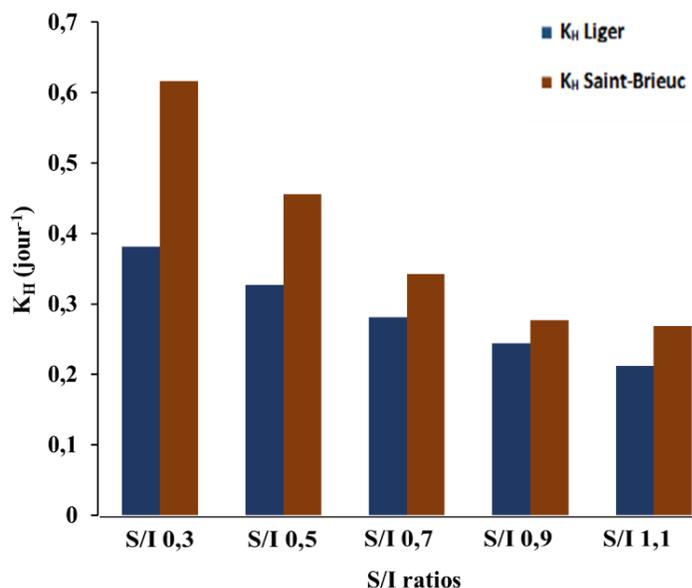


Figure IV.24 : Variation de la constante d'hydrolyse  $K_H$  (jour<sup>-1</sup>) obtenue après modélisation, en fonction du rapport substrat/inoculum (S/I) et de la nature de l'inoculum

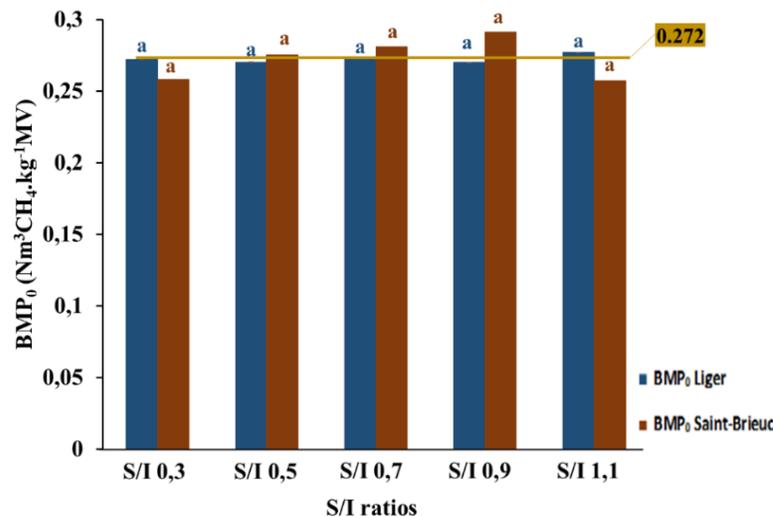
Tableau IV.11 : Paramètres du modèle cinétique de premier ordre

Paramètres du modèle	Liger					Saint-Brieuc				
	0,3	0,5	0,7	0,9	1,1	0,3	0,5	0,7	0,9	1,1
BMP <sub>0</sub> (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV)	0,272	0,270	0,273	0,270	0,277	0,258	0,275	0,281	0,291	0,257
Moyenne BMP <sub>0</sub> (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV)	0,272 ± 0,003					0,272 ± 0,015				
K <sub>H</sub> (jour <sup>-1</sup> )	0,381	0,327	0,281	0,244	0,212	0,616	0,456	0,343	0,277	0,269
R <sup>2</sup> ajusté	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999
SSE (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV) <sup>2</sup>	1,594	1,527	1,501	1,423	1,430	1,534	1,679	1,671	1,701	1,320

#### IV.1.4 Étude statistique

Afin de s'assurer des résultats expérimentaux obtenus, une étude statistique a été réalisée. Le test de Tukey, un test de comparaison des moyennes de BMP a été réalisé avec le logiciel SPSS® (Statistical Package for the Social Sciences, V20, SPSS Inc., Chicago, US). Les résultats obtenus montrent une non-significativité de la différence entre les moyennes des BMP

expérimentaux obtenues avec chaque rapport S/I ni avec les inocula Liger ou Saint-Brieuc ( $p$ -value > 0,05). La Figure IV.25 reflète ces résultats : la même lettre « a » sur chaque barre de l'histogramme met en évidence la similarité des moyennes. Ainsi, nous pouvons supposer que l'utilisation de différents ratio S/I n'affecte pas le rendement de méthane lors de l'utilisation des fientes aviaires comme substrat et nous observons le même BMP avec une moyenne de  $0,272 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  avec les deux inocula. Ainsi ni le rapport S/I ni la source d'inoculum n'ont d'effet significatif sur le BMP obtenu lors de la DA mésophile des fientes aviaires.



**Figure IV.25 : Variation du potentiel méthanogène maximal obtenu après modélisation en fonction du rapport substrat/inoculum (S/I) et de la nature de l'inoculum (bleu : Liger et marron : Saint-Brieuc). Les lettres représentent les résultats des tests de Tukey et la ligne horizontale la moyenne des BMP<sub>0</sub>**

## IV.2 L'influence de l'ammoniac sur le potentiel méthanogène des fientes aviaires

### IV.2.1 Expérience en mode batch

Dans l'expérience détaillée dans le paragraphe précédent (IV.1), il était intéressant de mesurer les concentrations d'azote ammoniacal au cours du processus de DA des fientes aviaires avec l'un ou l'autre des deux inocula à différents rapports S/I, puisque ce type de déchets est connu pour sa richesse en azote (Tableau IV.10). Comme le montre la Figure IV.23 A et B, les courbes représentent une production normale de CH<sub>4</sub> arrivant à un état stationnaire après 10 jours avec une absence de phase de latence ou de diminution du rendement de production de CH<sub>4</sub>. Cependant, dans le Tableau IV.12 montrant la concentration totale d'azote ammoniacal initial et final (dans substrats + inoculum) pendant la DA à 37 °C, on aperçoit avec l'inoculum Liger en particulier, une

concentration finale en  $\text{NH}_3$  allant de  $4,53 \text{ g N-NH}_3 \cdot \text{L}^{-1}$  à  $6,06 \text{ g N-NH}_3 \cdot \text{L}^{-1}$  en passant du rapport 0,3 à 1,1 sans aucun signe d'inhibition. Selon la littérature, les concentrations inhibitrices d'ammoniac et leur effet respectif ne sont pas très clairs, et diffèrent selon plusieurs facteurs tels que la nature des substrats, les inocula, les conditions environnementales (température, pH) et les périodes d'acclimatation (Rajagopal *et al.*, 2013). En général, Jiang *et al.*, 2019, a décrit une situation instable pendant le processus de DA en raison de la présence de TAN (azote ammoniacal total) à des concentrations comprises entre  $1,5$  et  $7 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  (Jiang *et al.*, 2019). Il est connu qu'à une concentration d'ammoniac dépassant les  $3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ , les signes d'inhibition du processus de DA apparaissent (Calli *et al.*, 2005 ; Abouelenien *et al.*, 2010). L'étude de Bayrakdar *et al.*, 2017 montre une digestion stable du fumier de volaille avec une production importante de biogaz à un taux élevé de charge organique (COA) ( $3,56 \text{ kg MV} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{j}^{-1}$ ) mais à condition de maintenir une concentration de TAN et de FAN inférieure à  $4,0$  et  $0,3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ , respectivement (Bayrakdar *et al.*, 2017a). Dans l'ensemble, ces résultats justifient l'absence d'effet inhibiteur dans notre expérience.

**Tableau IV.12 : Concentration totale d'azote ammoniacal initial et final (substrats + inoculum) pendant la DA à 37 °C**

Inocula	Ratio S/I	[NH <sub>3</sub> ] initiale (g N-NH <sub>3</sub> ·L <sup>-1</sup> )	[NH <sub>3</sub> ] finale (g N-NH <sub>3</sub> ·L <sup>-1</sup> )
<b>Liger</b>	0,3	1,80	4,53
	0,5	1,83	4,83
	0,7	1,87	5,09
	0,9	1,90	5,44
	1,1	1,94	6,06
<b>Saint Briec</b>	0,3	0,32	0,50
	0,5	0,34	0,59
	0,7	0,36	0,66
	0,9	0,38	0,77
	1,1	0,40	0,93

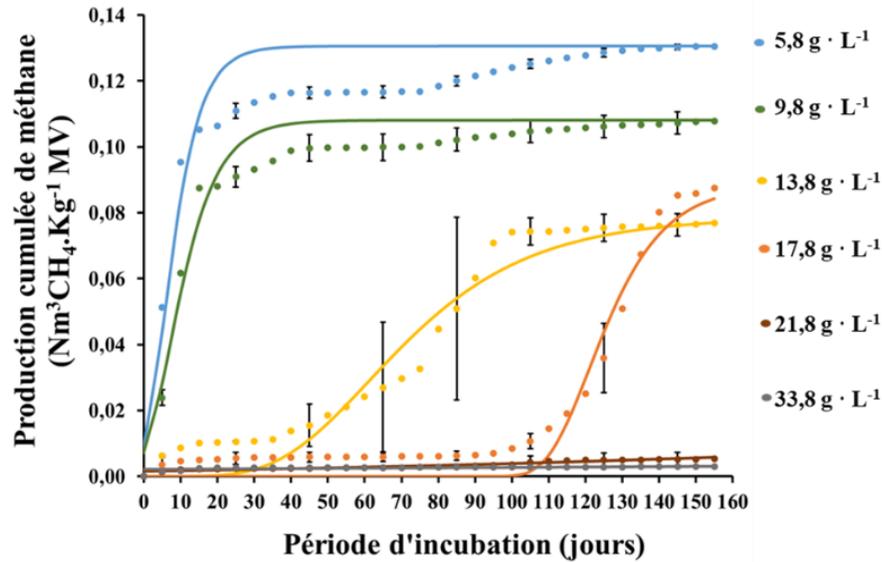
Mais afin de mieux explorer l'effet de l'ammoniac sur le processus de DA et pour éviter l'hétérogénéité des déchets aviaires, nous avons lancé une autre série d'expériences pour évaluer l'effet de différentes concentrations d'ammoniac sur la DA en mode batch en utilisant du glucose, une molécule simple et complètement dégradable, comme substrat et Liger comme inoculum avec un ratio S/I de 0,4. Le Tableau IV.13 représente les concentrations de NH<sub>4</sub>Cl ajoutées à chaque bouteille et les concentrations relatives de N-NH<sub>3</sub> (TAN) et de FAN (calculé par l'équation  $FAN = \frac{TAN}{1 + 10^{(pKa-pH)}}$  avec  $pKa = 0,09018 + \frac{2729,92}{T+273,15}$  et T en °C). Les valeurs de TAN varient entre 5,8 g·L<sup>-1</sup> et 33,8 g·L<sup>-1</sup>.

Selon la Figure IV.26, on remarque que la production de méthane était de 0,131 Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup> MV lorsque la concentration de [N-NH<sub>3</sub>] est de 5,8 g·L<sup>-1</sup> (0,8 g·L<sup>-1</sup> de FAN) sans effet d'inhibition. Mais à partir de 9,8 g·L<sup>-1</sup> de N-NH<sub>3</sub> (1,36 g·L<sup>-1</sup> de FAN), la production de

méthane diminue à  $0,108 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  impliquant le début du processus d'inhibition. Avec  $13,8 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  de N-NH<sub>3</sub> ( $1,91 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  de FAN), l'effet inhibiteur est très net, le rendement en méthane diminue et la phase de latence  $\lambda$  augmente ( $\lambda > 30$  jours). Cependant, une inhibition totale apparaît à  $21,8 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  de N-NH<sub>3</sub> ( $3,03 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  de FAN). Ceci a été mentionné par Lauterböck *et al.*, 2012, qui ont rapporté une inhibition de la DA des déchets d'abattoir lorsque la concentration en FAN dépassait  $1,2 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  (Lauterböck *et al.*, 2012). Nous pouvons conclure que plus la concentration d'ammoniac est élevée, plus le rendement en méthane est faible et plus le processus sera lent. D'autre part, l'absence d'inhibition à des concentrations d'ammoniac inférieures à  $9,8 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  peut être justifiée par la prédominance de archées méthanogènes tolérantes à ces concentrations telles que les bactéries hydrogénotrophes (*Methanoculleus* et *Methanobacterium*) (Wiegant et Zeeman 1986). En plus des *Methanosarcina*, des bactéries acétoclastes, capables de contribuer à des niveaux d'ammoniac très élevés ( $> 9 \text{ g NH}_4\text{-N} \cdot \text{L}^{-1}$ ) (Lv *et al.*, 2019 ; Mahdy *et al.*, 2020). Cette communauté bactérienne peut caractériser l'inoculum Liger, qui contient une concentration de NH<sub>3</sub> de  $5,81 \text{ g N-NH}_3 \cdot \text{kg}^{-1}$  (Tableau IV.10), et avec lequel nous n'avons pas observé d'inhibition à fortes concentrations d'ammoniac. Au-delà de ces concentrations, le processus de DA se ralentit pour atteindre une inhibition totale à une concentration de  $21,8 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  de N-NH<sub>3</sub>.

**Tableau IV.13 : Concentrations de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ajoutées à chaque bouteille et les concentrations relatives de TAN ( $\text{N-NH}_3$ ) et de FAN**

Numéro de la bouteille	Glucose ajoutée (g)	$\text{NH}_4\text{Cl}$ ajouté ( $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	pH final	$[\text{N-NH}_3]$ ( $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	FAN ( $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )
1	5,01	0,00	8,07	5,81	0,81
2	5,01	0,00	8,12	5,81	0,81
3	5,00	15,26	8,07	9,80	1,36
4	5,01	15,23	8,11	9,80	1,36
5	5,00	30,51	8,18	13,79	1,92
6	5,00	30,58	8,14	13,81	1,92
7	5,01	45,76	8,1	17,79	2,47
8	5,03	45,80	8,27	17,80	2,47
9	5,00	61,22	8,11	21,83	3,03
10	5,01	61,06	8,11	21,79	3,03
11	5,00	76,38	8,08	25,80	3,58
12	5,00	76,40	8,05	25,80	3,59
13	5,03	91,86	8,09	29,85	4,15
14	5,02	91,63	8,12	29,79	4,14
15	5,00	106,99	8,07	33,81	4,70



**Figure IV.26 : Evolution de la production cumulée de méthane en fonction de la concentration d'ammoniac ( $\text{N-NH}_3$  en  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ) - les lignes représentent le modèle du Gompertz**

#### IV.2.2 Modélisation cinétique

Les résultats expérimentaux ont été modélisés en utilisant l'équation du modèle de Gompertz (détaillée dans paragraphe II.3.4), puisqu'une phase de latence  $\lambda$  est observable sur certaines courbes (courbe jaune et orange). Les paramètres de ce modèle sont présentés dans le Tableau IV.14. Il est observé que ce modèle s'adapte bien aux résultats expérimentaux sauf à partir d'une concentration en ammoniac supérieure à  $21,8 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ , lorsque la production de méthane devient négligeable ( $R^2$  faible). Les valeurs de  $\text{BMP}_0$  et  $R_{\text{max}}$  reflètent clairement la diminution du rendement de méthane ainsi que sa vitesse de production avec l'augmentation de la concentration de  $\text{NH}_3$ . Par la suite, une phase de latence de 37 jours est remarquée avec  $13,8 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  de  $\text{NH}_3$  et qui augmente jusqu'à atteindre une durée supérieure à 100 jours à des concentrations de  $\text{NH}_3$  très élevé, marquant la durée d'acclimatation des méthanogènes (Ware et Power, 2017). Une fois les méthanogènes adaptées à ces concentrations élevées en ammoniac, la dégradation du substrat et la production de méthane se déclenchent. Le prolongement de la période d'incubation dans le réacteur favorise cette adaptation bactérienne.

**Tableau IV.14 : Paramètres cinétiques du modèle de Gompertz pour chaque concentration d'ammoniac (N.A : Non Applicable)**

Concentrations de NH <sub>3</sub>	5,8 g·L <sup>-1</sup>	9,8 g·L <sup>-1</sup>	13,8 g·L <sup>-1</sup>	17,8 g·L <sup>-1</sup>	21,8 g·L <sup>-1</sup>	33,8 g·L <sup>-1</sup>
<b>BMP<sub>0</sub> (Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·Kg<sup>-1</sup> MV)</b>	0,131	0,108	0,079	0,089	0,007	0,004
<b>Rmax (Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·Kg<sup>-1</sup> MV·jour<sup>-1</sup>)</b>	0,009	0,006	0,001	0,003	0,000	0,000
<b>λ (jour)</b>	0,000	0,000	36,893	109,674	N.A	N.A
<b>R<sup>2</sup> ajusté</b>	0,842	0,922	0,958	0,959	0,447	0,483
<b>SSE (Nm<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup>MV)<sup>2</sup></b>	0,074	0,067	0,130	0,119	0,000	0,000

### IV.2.3 Étude statistique

Le test de Pearson est effectué afin de mettre en évidence la corrélation entre la production de méthane et la concentration d'ammoniac. Il est obtenu une valeur  $r = -0,935$  et  $p = 0,001 \leq 0,05$ . Cela signifie qu'il existe une corrélation significative entre ces deux variables. Cette corrélation est négative puisque le BMP diminue quand la concentration en ammoniac augmente.

## IV.3 Influence du temps de stockage des fientes aviaires sur le potentiel méthanogène

### IV.3.1 Caractérisation des fientes aviaires et inoculum

Afin d'étudier l'influence du temps de stockage des fientes dans la ferme sur leur rendement de méthane obtenu par le processus de DA, cinq différents lots de fientes ont été étudiés. Un tas de fientes fraîches a été réalisé dans la fumière de la ferme de l'EPLEFPA Le Gros Chêne (Pontivy, France), à l'abri sous un toit. Un échantillon de ces fientes fraîches était récupéré puis ce tas a été laissé dans la ferme pour 1 mois afin de récupérer les autres lots. Chaque semaine un échantillon de ces fientes stockées dans la ferme était récupéré, préparé et stocké dans nos laboratoires (préparation détaillée dans paragraphe II.1.1) jusqu'à l'obtention de 5 lots de fientes : le lot frais et ceux de stockage pour 1 semaine, 2 semaines, 3 semaines et 4 semaines.

Le Tableau IV.15 représente les caractéristiques en MS et MV des 5 lots de fientes et de l'inoculum utilisé. On remarque que la MS ou la MV augmente avec l'augmentation du temps de stockage (Wedwitschka *et al.*, 2020). Cela est dû à la déshydratation des fientes causé par

l'évaporation de l'eau durant la période de stockage ce qui rend la matière organique plus concentrée et donne une texture plus sèche aux fientes (ADEME 2012, les fientes de volailles ; Piveteau et Serres 2017).

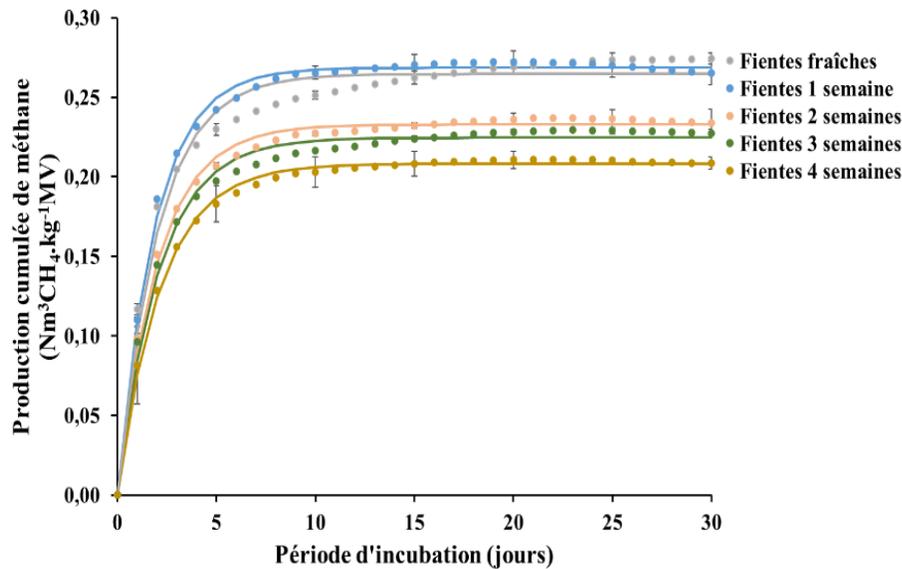
**Tableau IV.15 : Caractéristiques des 5 lots de fientes et de l'inoculum**

Caractéristiques	Fientes fraîches	Fientes 1 semaine	Fientes 2 semaines	Fientes 3 semaines	Fientes 4 semaines	Inoculum
<b>Matières sèches (g·kg<sup>-1</sup>)</b>	293,98 ± 0,27	476,86 ± 0,11	466,52 ± 0,25	525,01 ± 0,69	625,12 ± 2,54	33,26 ± 0,01
<b>Matières volatiles (g·kg<sup>-1</sup>)</b>	211,37 ± 1,50	218,39 ± 2,24	256,34 ± 1,71	290,53 ± 1,98	332,38 ± 2,40	17,80 ± 2,76

#### IV.3.2 Expérience en mode batch

Cette expérience était effectuée à titre indicatif pour détecter l'effet du stockage des fientes sur leur potentiel méthanogène si elles vont être valorisées par le processus de DA.

D'après la Figure IV.27 présentant la production de méthane des fientes à différents temps de stockage, il est observé que le BMP diminue avec l'augmentation du temps de stockage (fientes fraîches : 0,265 Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup> MV > fientes 4 semaines : 0,208 Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup> MV). Le stockage entraîne un pseudo compostage et une dégradation de la matière organique provoquant alors une diminution du rapport MV/MS et par la suite une perte de matière organique facilement dégradable et une diminution globale du BMP. On remarque une réduction au niveau du rapport MV/MS en passant des fientes fraîches à celles stockées pendant 4 semaines (de 72 % pour les fientes fraîches à 53 % pour les fientes stockées pendant 4 semaines) reflétant alors cette diminution du BMP. En plus, le BMP des fientes 1 semaine est équivalent à celui des fientes fraîches même si sa contenance en MS est > 10 % (MS des fientes 1 semaine = 15,9 %). Mais en comparant les MV de ces deux lots de fientes, on perçoit une faible différence (211,37 g·kg<sup>-1</sup> pour fientes fraîches et 218,39 g·kg<sup>-1</sup> pour fientes 1 semaine), cela explique leur BMP identique puisque ce dernier est calculé sur la base des MV. Ainsi à partir de 2 semaines de stockage, la production de méthane chute. Toutefois, le stockage provoque la perte en azote (8 %) par volatilisation (Orofino, 2015 ; Blazy, 2021) et donc une moins bonne valorisation agronomique.



**Figure IV.27 : Evolution de la production cumulée de méthane en fonction du temps - les lignes représentent le modèle exponentiel :  $BMP = BMP_0[1 - e^{-t \times K_H}]$**

### IV.3.3 Modélisation cinétique

Le modèle cinétique de premier ordre est utilisé dans cette expérience afin de s'assurer des résultats expérimentaux. Le Tableau IV.16 représente les paramètres de ce modèle. On remarque que le BMP des fientes fraîches obtenu est comparable à notre expérience précédente ( $BMP_0 = 0,272 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ) détaillée dans le paragraphe IV.1. Ainsi les  $BMP_0$  des 5 lots de fientes sont comparables à la littérature (FNR 2012 ; Rahman *et al.*, 2018). La valeur du  $BMP_0$  diminue avec la durée de stockage du fait d'une matière organique moins biodégradable. La constante d'hydrolyse  $K_H$  ne varie pas énormément entre les 5 lots de fientes mais il est observé une faible diminution avec le temps de stockage et surtout entre 2 et 4 semaines de stockage où la quantité de solides totaux (MS) des fientes est plus élevée, engendrant un ralentissement de la phase d'hydrolyse. Au final, ce modèle s'ajuste bien aux résultats expérimentaux puisque le  $R^2$  ajusté est supérieur à 0,99 et le SSE (somme de l'estimation au carré des erreurs) est faible. Cela implique que le modèle explique 99 % de la variation totale des données sur la moyenne. Il aurait été intéressant de pouvoir peser l'ensemble du tas au cours du stockage afin de pouvoir évaluer la perte d'eau et de matière organique au cours du stockage.

Tableau IV.16 : Paramètres du modèle cinétique de premier ordre

Substrat	Fientes fraîches	Fientes 1 semaine	Fientes 2 semaines	Fientes 3 semaines	Fientes 4 semaines
<b>BMP<sub>0</sub> (Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup> MV)</b>	0,265	0,269	0,233	0,225	0,208
<b>K<sub>H</sub> (jour<sup>-1</sup>)</b>	0,487	0,529	0,490	0,474	0,453
<b>R<sup>2</sup> ajusté</b>	0,998	0,999	0,999	0,999	0,999
<b>SSE (Nm<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup>MV)<sup>2</sup></b>	1,923	1,996	1,489	1,380	1,181

#### IV.3.4 Étude statistique

Le test de Pearson est effectué afin de mettre en évidence la corrélation qui existe entre la production de méthane et le temps de stockage. On a obtenu une valeur  $r = -0,950$  et  $p = 0,013 \leq 0,05$ . Ces valeurs montrent qu'il existe une corrélation significative entre ces deux variables. Cette corrélation est négative puisque le BMP diminue quand le temps de stockage augmente.

## IV.4 Conclusion

Les fientes aviaires sont riches en matière organique permettant leur utilisation comme substrat pour la production de méthane par la DA. Afin d'optimiser les conditions opératoires de la DA mésophile des fientes de poules pondeuses en mode batch, plusieurs facteurs ont été étudiés : le ratio S/I, la nature de l'inoculum, la concentration en ammoniac et le temps de stockage. Des essais en mode batch en utilisant l'AMPTS ont été exécutés en utilisant les fientes préparées comme substrat.

Concernant le ratio S/I et la nature de l'inoculum, les résultats ne montrent pas d'effet significatif de ces derniers sur la production de méthane (BMP). Une moyenne de  $0,272 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$  est obtenue avec les 5 ratios et les 2 inocula utilisés. Cependant, on remarque que la constante d'hydrolyse  $K_H$  diminue lorsque le ratio S/I augmente de 0,3 à 1,1 avec les deux inocula, impliquant le ralentissement de la phase d'hydrolyse avec l'augmentation de la charge organique dans le réacteur. En conséquence, Liger pourrait être considéré comme l'inoculum le plus approprié puisqu'il est obtenu à partir du traitement des déchets agroalimentaires et des déchets animaux. Il favorise un processus stable sans diminution du BMP à des ratios S/I élevés en raison d'un consortium microbien acclimaté. Son utilisation nous permet de dégrader une charge organique élevée lors du processus de DA avec une production stable de méthane.

À propos des concentrations inhibitrices d'ammoniac, aucun signe d'inhibition n'est observé au cours de la DA des fientes aviaires même à des concentrations élevées d'ammoniac ( $[N-NH_3] = 6,06 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ). Cette absence d'inhibition est prouvée en expérimentant différentes concentrations d'ammoniac au cours du processus de DA du glucose (molécule simple). Un début d'inhibition est observé uniquement à partir d'une concentration de  $N-NH_3 = 9,8 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ . Une réduction du potentiel méthanogène et une augmentation de la phase de latence ( $\lambda > 30$  jours) ont été observées. Une inhibition totale du processus est acquise à une concentration de  $21,8 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  de  $N-NH_3$ . À partir de ces résultats, nous pouvons supposer que Liger est un inoculum satisfaisant pour la DA des déchets aviaires connus pour leur teneur élevée en protéines et en acide urique. Cet inoculum est formé par une communauté bactérienne qui peut tolérer une concentration élevée d'ammoniac qui pourrait empêcher l'inhibition du processus.

Finalement, l'étude de la variation du BMP des fientes aviaires avec le temps de stockage permet de conclure que ce dernier a un effet négatif sur le rendement de méthane. Le BMP et la constante d'hydrolyse  $K_H$  diminuent avec l'augmentation du temps de stockage suite à la hausse du taux de la matière sèche causé par la déshydratation des fientes et la perte de l'azote par volatilisation.

# ***Chapitre V. Méthanisation des fientes aviaires en mode semi-continu et détermination de l'effet de la co-digestion avec de la boue physico-chimique sur le rendement de méthane***

**V. Chapitre V : Méthanisation des fientes aviaires en mode semi-continu et détermination de l'effet de la co-digestion avec de la boue physico-chimique sur le rendement de méthane.....Error! Bookmark not defined.**

**V. Digestion anaérobie mésophile (37 °C) des fientes aviaires en mode semi-continu dans un CSAD (*continuously stirred anaerobic digesters*) de 12 litresError! Bookmark not defined.**

**V.1.1 Caractéristiques du substrat ..... Error! Bookmark not defined.**

**V.1.2 Production de biogaz et de méthane en mode semi-continu (CSAD)Error! Bookmark not defined.**

**V.1.3 Suivi de la manipulation et facteurs de stabilité ..... Error! Bookmark not defined.**

**V.1.4 Composition biochimique de l'intrant et du produit final et détermination du taux de réduction ..... Error! Bookmark not defined.**

**V.2 Effet de la co-digestion des fientes aviaires avec de la boue physico-chimique (un co-produit issu de l'abattoir aviaire) sur le rendement de méthaneError! Bookmark not defined.**

**V.2.1 Caractéristiques des substrats et inoculum..... Error! Bookmark not defined.**

**V.2.2 Expérience en mode semi-continu..... Error! Bookmark not defined.**

**V.2.3 Suivi de la manipulation et facteurs de stabilité ..... Error! Bookmark not defined.**

**V.3 Conclusion .....Error! Bookmark not defined.**

## **V. Chapitre V : Méthanisation des fientes aviaires en mode semi-continu et détermination de l'effet de la co-digestion avec de la boue physico-chimique sur le rendement de méthane**

Le chapitre V nous permet d'explorer le rendement du procédé de DA des fientes aviaires à une échelle industrielle. Dans la première partie de ce chapitre, nous étudions la production de biogaz et de méthane dans un réacteur en semi-continu (CSAD) de 12 litres, manipulé à 37 °C en utilisant les fientes aviaires comme substrat. Un suivi de la stabilité et de la performance du réacteur est effectué en mesurant le pH, l'alcalinité, l'acidité et l'azote et le phosphore total du digestat soutiré. De plus, nous menons des analyses de la composition biochimique des fientes par la méthode de Van-Soest et Soxhlet, afin de déterminer le taux de réduction des différentes fractions biochimiques durant le processus de DA. Dans la deuxième partie, une étude d'optimisation du processus de DA des fientes aviaires est effectuée en appliquant une co-digestion avec de la boue physico-chimique à deux différents ratios. Cette manipulation est effectuée dans des réacteurs de 2 litres en mode semi-continu fonctionnant à une température de 37 °C. La production de méthane est surveillée pendant 80 jours avec des mesures du pH, de l'alcalinité et de l'acidité afin de suivre la performance des réacteurs et de s'assurer de leur stabilité.

## V.1 Digestion anaérobie mésophile (37 °C) des fientes aviaires en mode semi-continu dans un CSAD (continuously stirred anaerobic digesters) de 12 litres

### V.1.1 Caractéristiques du substrat

Les fientes aviaires fraîches récupérées de la ferme l'EPLFPA Le Gros Chêne Pontivy-France ont été utilisées comme substrat. 3 lots de fientes ont été récupérés, préparés (paragraphe II.1.1) et caractérisés afin d'avoir un produit final dilué, homogène, formé par de fines particules et capable d'être injecté quotidiennement dans le pilote.

Plus de 17 kg de fientes brutes ont été préparées pour cette manipulation qui a duré plus que 100 jours. Après dilution (au 1/3) on a obtenu près de 51 kg de fientes qui ont été stockées dans des flacons de 1 litre et conservées à  $-20\text{ °C}$  jusqu'à leur utilisation pour les injections.

Le Tableau V.17 présente les valeurs moyennes de MS et MV des 3 lots de fientes brutes utilisées. Ces caractéristiques sont comparables à celles obtenues dans les chapitres précédents et même dans la littérature (Rahman *et al.*, 2018 ; Wedwitschka *et al.*, 2020). Afin de minimiser les risques d'inhibition pouvant survenir lors du procédé, la concentration recommandée en MS doit être  $\leq 10\%$  (Bi *et al.*, 2020b). Pour cette raison, les fientes ont été diluées à un facteur 1/3 pour atteindre une valeur finale de MS de 9,82 % ( $< 10\%$ ).

**Tableau V.17 : Caractéristiques physico-chimiques du substrat**

	Matières sèches (g·kg <sup>-1</sup> )	Matières volatiles (g·kg <sup>-1</sup> )
<b>Fientes</b>	294,67 ± 6,67	207,1 ± 3,70

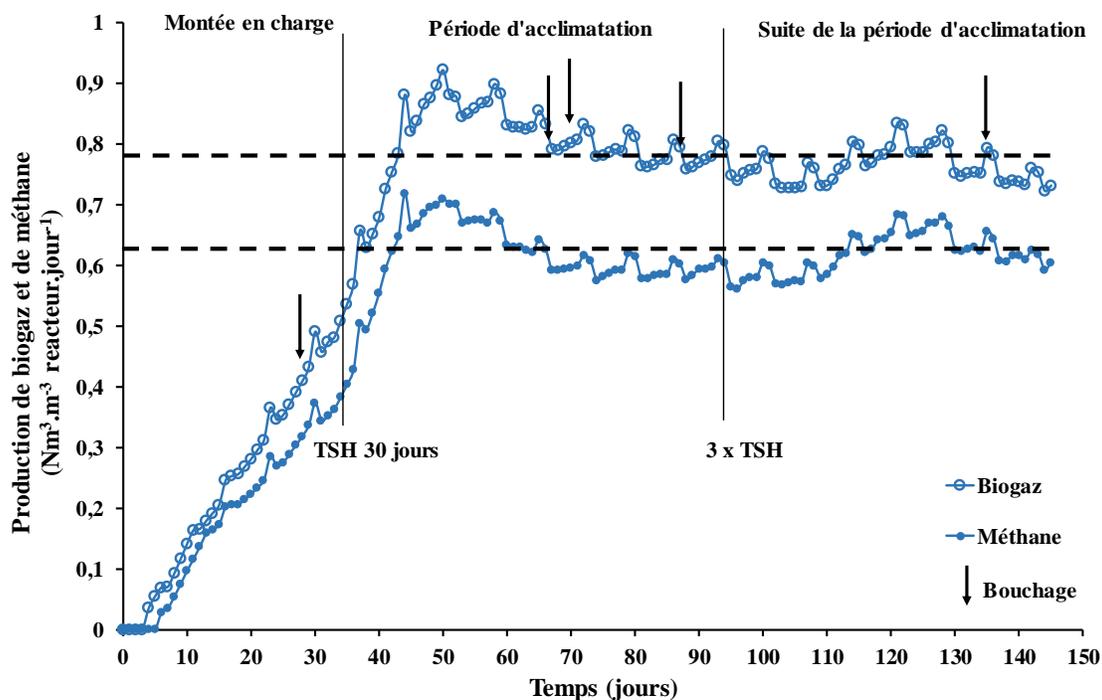
### V.1.2 Production de biogaz et de méthane en mode semi-continu (CSAD)

Pour un meilleur transfert technologique et afin de valider les résultats obtenus en mode batch à l'échelle pilote, le potentiel méthanogène des fientes aviaires fraîches a été déterminé en mode semi-continu dans un réacteur de 12 L parfaitement mélangé (CSAD) fonctionnant sous une température de 37 °C.

En ce qui concerne la DA mésophile des déchets aviaires, le TSH peut varier entre 12 et 40 jours en fonction du substrat et de la charge organique appliquée dans le digesteur (Salminen et Rintala, 2002a). Nous avons fixé dans ce travail un TSH de 30 jours, conformément aux études précédentes menées sur la DA de déchets agro-industriels en mode continu (Ruffino *et al.*, 2015 ;

El Achkar *et al.*, 2016). En ce qui concerne la COA, il est connu qu'une charge organique élevée favorise la croissance des microorganismes et génère une meilleure production de biogaz. Cependant, lorsque la COA dépasse la capacité du réacteur, on peut s'attendre à des déséquilibres entre les quatre étapes de la DA, entraînant une acidification irréversible et une inhibition du processus en raison de l'accumulation d'AGV (El Achkar *et al.*, 2018 ; Sawyerr *et al.*, 2019). Afin de maximiser la production de biogaz tout en maintenant la stabilité du réacteur, la charge organique doit être comprise entre 0,25 et 3 kg DCO·m<sup>-3</sup>·j<sup>-1</sup> (Rajeshwari *et al.*, 2000). Mahdy *et al.*, 2020 ont constaté que la DA de substrats riches en azote utilisant une COA de 2,5 g MS·L<sup>-1</sup>·d<sup>-1</sup> peut renforcer l'activité des bactéries tolérantes à l'ammoniac à fournir plus de substrats méthanogènes (acétate et hydrogène) (Mahdy *et al.*, 2020). Ces données appuient notre choix de de 2,301 kgMV·m<sup>-3</sup>·j<sup>-1</sup>.

À cause des problèmes de bouchage rencontrés durant cette manipulation (flèches noires sur les courbes de la Figure V.28 ) qui ont mené à une alimentation périodique du pilote nous avons nommé ce réacteur un CSAD. Selon Usack *et al.*, 2012, au cas où le réacteur rencontre des problèmes de colmatage des pompes de laboratoire par les solides ou de la sédimentation des solides dans les tubes, il ne peut être alimenté en continu. Il sera alors alimenté périodiquement et nous appelons ces procédés des CSAD (*Continuous Stirred Anaerobic Digestors*) (Usack *et al.*, 2012).



**Figure V.28 : Production de biogaz et de méthane ( $\text{Nm}^3 \cdot \text{Nm}^{-3} \text{réacteur} \cdot \text{jour}^{-1}$ ) pendant la DA dans un réacteur CSAD. Les flèches indiquent les périodes de colmatage du réacteur et les lignes discontinues déterminent la phase de stabilité.**

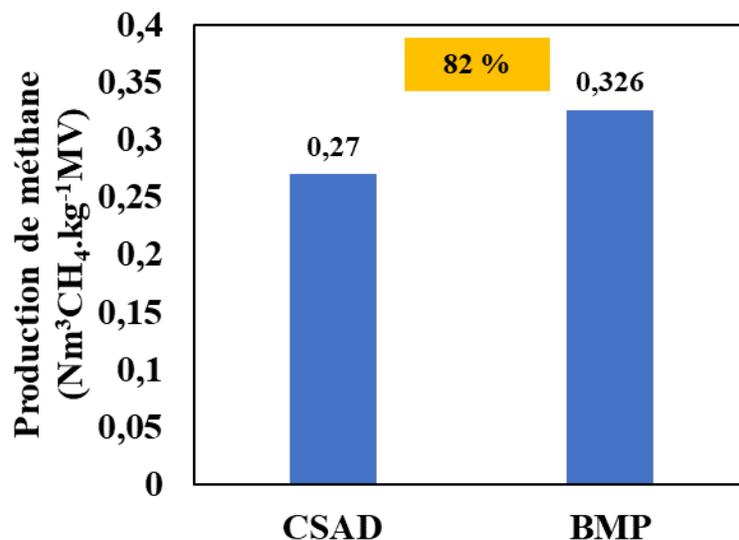
Durant toute la période de l'expérience, la production journalière de biogaz et de méthane a été enregistrée. Après la phase de montée en charge (30 jours), une production journalière constante de biogaz et de méthane a été notée avec  $0,791 \text{ Nm}^3 \text{ biogaz} \cdot \text{Nm}^{-3} \text{réacteur} \cdot \text{jour}^{-1}$  et  $0,623 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{Nm}^{-3} \text{réacteur} \cdot \text{jour}^{-1}$ , respectivement (Figure V.28 et Tableau V.18). Le rendement en biogaz est comparable à celui obtenu dans des études antérieures de digestion assistée en continu menées sur du fumier de poulet (Babae *et al.*, 2013 ; Zhang *et al.*, 2019). De plus et dans notre cas, le biogaz contenait 79 % de méthane. Ce pourcentage est en accord avec la gamme de rendements observés dans la littérature où la teneur en méthane, au niveau du biogaz obtenu, varie entre 40 % et plus avec le fumier de poulet en particulier (Yaldiz *et al.*, 2011 ; Liu *et al.*, 2018c ; Zhang *et al.*, 2019) et 70-74 % avec le fumier animal en général (Babae *et al.*, 2013 ; Dalkilic et Ugurlu 2015 ; Roubík *et al.*, 2018). De plus, lorsque Usack *et al.*, 2012, ont décrit les paramètres de fonctionnement de ce type de réacteurs, ils prévoyaient des pourcentages optimaux de  $\text{CH}_4$  et de  $\text{CO}_2$  entre 55-70 % et 30-45 %, respectivement (Usack *et al.*, 2012). Sachant que les fientes de volailles sont très riches en azote, indispensable à l'activité bactérienne, et que plus la teneur en protéines est élevée, plus la production de méthane est importante (Cirad). Au total, on constate

une variabilité des productions de biogaz et de méthane reflétant l'effet de plusieurs facteurs, tels que la nature du substrat, sa récupération et sa préparation et les conditions opératoires (HRT, OLR, température...).

**Tableau V.18 : Paramètres et conditions opératoires du réacteur CSAD**

<b>Volume du réacteur (L)</b>	12
<b>Période d'opération (jours)</b>	145
<b>TSH (jours)</b>	30
<b>COA (kg MV·m<sup>-3</sup>·jour<sup>-1</sup>)</b>	2,301
<b>Production de biogaz (Nm<sup>3</sup> biogaz·Nm<sup>-3</sup> réacteur·jour<sup>-1</sup>)</b>	0,791
<b>Production de méthane (Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·Nm<sup>-3</sup> réacteur·jour<sup>-1</sup>)</b>	0,623
<b>Contenance en méthane (%)</b>	79
<b>Production de méthane (Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·g<sup>-1</sup> MV)</b>	0,270
<b>Efficacité par comparaison au mode batch (%)</b>	82

D'autre part, en ramenant la production de méthane à la quantité de matière injectée, on remarque une production de 0,270 Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·g<sup>-1</sup> MV (Figure V.29). Pour procéder à une évaluation technique du CSAD, l'efficacité de la production potentielle de méthane à partir des fientes fraîches a été déterminée en comparant les modes batch et semi-continu. En comparant la production spécifique de méthane obtenue ici à celle obtenue en mode batch (0,320 Nm<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>·g<sup>-1</sup> MV ; chapitre III, paragraphe III.1.2), on remarque que le pilote en semi-continu présente une efficacité de 82 % (Tableau V.18, Figure V.29). En fait, différentes études ont également évalué l'efficacité du mode continu par rapport au mode discontinu, en utilisant des conditions similaires (HRT de 30 jours, environnement mésophile) et ont rapporté des efficacités allant de 60 à 90 % (Kafle et Kim, 2013 ; Zhang et Banks, 2013 ; Wang *et al.*, 2014 ; Ruffino *et al.*, 2015 ; Zhang *et al.*, 2018). Plus particulièrement, une étude réalisée par El Achkar *et al.*, 2016 sur du marc de raisin avec le même pilote de 12 litres, a montré une efficacité analogue (81 %) en comparant les deux modes de DA (El Achkar *et al.*, 2016). Par conséquent, notre travail s'inscrit dans une cohérence avec la littérature, indiquant le succès de la mise à l'échelle industrielle du pilote.



**Figure V.29 : Comparaison du rendement de méthane entre mode semi-continu et mode batch. L'efficacité est indiquée sur fond jaune.**

### V.1.3 Suivi de la manipulation et facteurs de stabilité

La stabilité du CSAD a été surveillée par un suivi du pH, du taux d'alcalinité et de l'acidité (ratio FOS/TAC). Afin de déterminer ce ratio FOS/TAC, 21 échantillons de digestats récupérés à différentes périodes ont été analysés (analyse décrite dans le paragraphe II.4.3.3).

Le digesteur a fonctionné 145 jours, sous un pH moyen du milieu de 7,8 sans ajustement tout au long de l'expérimentation. Le TAC est resté constant à 19,844 g eq. CaCO<sub>3</sub>·L<sup>-1</sup> et le FOS a été stabilisé à une valeur de 4,130 g eq. CH<sub>3</sub>COOH·L<sup>-1</sup> (Tableau V.19). Cette dernière est considérée comme élevée par rapport à la gamme favorable. Cependant, le pouvoir tampon (TAC) était également élevé donc suffisamment bon pour maintenir des conditions stables dans les digesteurs. Nous suggérons que le taux de croissance rapide des bactéries acidogènes (cycle environ de 4 jours) a généré une concentration excessive de FOS. Cependant, cela n'a pas conduit à une inhibition du processus car la production d'acides était couplée à leur dégradation par des microorganismes acétogènes et méthanogènes, ce qui a entraîné un TAC élevé (Ahring *et al.*, 1995 ; Yadvika *et al.*, 2004 ; Moletta, 2015). Par conséquent, la valeur du pH (7,8) et le rapport FOS/TAC (0,209 < 0,4) impliquent que le CSAD fonctionnait dans des conditions tolérables pour l'équilibre des microorganismes et la production de méthane (Ahring *et al.*, 1995 ; Vavilin *et al.*, 1997).

D'autres facteurs dénotant la stabilité de réacteur sont la quantité d'azote et de phosphore totaux dans le digestat. Ces analyses ont été effectuées par la méthode des tubes spectroquants sur 3 échantillons de digestats récupérés du réacteur à 3 moments différents de l'expérience (début, moitié et fin). Le digestat récupéré à la fin du processus de DA est connu pour sa richesse en minéraux et surtout en azote, phosphore et potassium. Pour cela il est considéré comme un bon fertilisant pour le sol, tant qu'il est compris dans des gammes de valeurs favorables afin d'éviter les problèmes environnementaux causés par l'excès de ces minéraux. En outre, les teneurs de ces minéraux varient notablement selon la nature de l'intrant. Selon le Tableau V.19, on remarque que notre digestat contient  $4,33 \text{ gN}\cdot\text{kg}^{-1}$  et  $1,50 \text{ gP}\cdot\text{kg}^{-1}$ . Ces deux valeurs appartiennent à la gamme favorable indiquant par la suite la stabilisation du processus et la bonne qualité du digestat récupéré (Levasseur 2017).

**Tableau V.19 : Facteurs de stabilité du réacteur CSAD. Les valeurs correspondent aux moyennes des échantillons prélevés au début, au milieu et à la fin du processus  $\pm$  écart-type de la mesure.**

	Valeur digestat	Gamme favorable
<b>pH</b>	$7,8 \pm 0,048$	7 – 8,2
<b>TAC (g eq. <math>\text{CaCO}_3 \cdot \text{L}^{-1}</math>)</b>	$19,844 \pm 0,368$	> 4
<b>FOS (g eq. <math>\text{CH}_3\text{COOH} \cdot \text{L}^{-1}</math>)</b>	$4,130 \pm 0,391$	< 2
<b>FOS/TAC</b>	$0,209 \pm 0,021$	< 0,4
<b>N tot <math>\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}</math></b>	$4,33 \pm 0,10$	3,3 – 8,2
<b>P tot <math>\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}</math></b>	$1,50 \pm 0,04$	0,52 – 1,61

#### V.1.4 Composition biochimique de l'intrant et du produit final et détermination du taux de réduction

La méthode Van-Soest a été utilisée pour réaliser le fractionnement de la matière solide. Elle est basée sur des extractions consécutives par des solvants au pouvoir extracteur en croissance séparant les différentes fractions biochimiques. Pour déterminer la fraction lipidique, en particulier, nous avons effectué une extraction Soxhlet supplémentaire.

Ces deux analyses ont été effectuées dans un premier temps sur les fientes ; substrat injecté dans le digesteur, et puis sur le digestat récupéré à la fin de l'expérience.

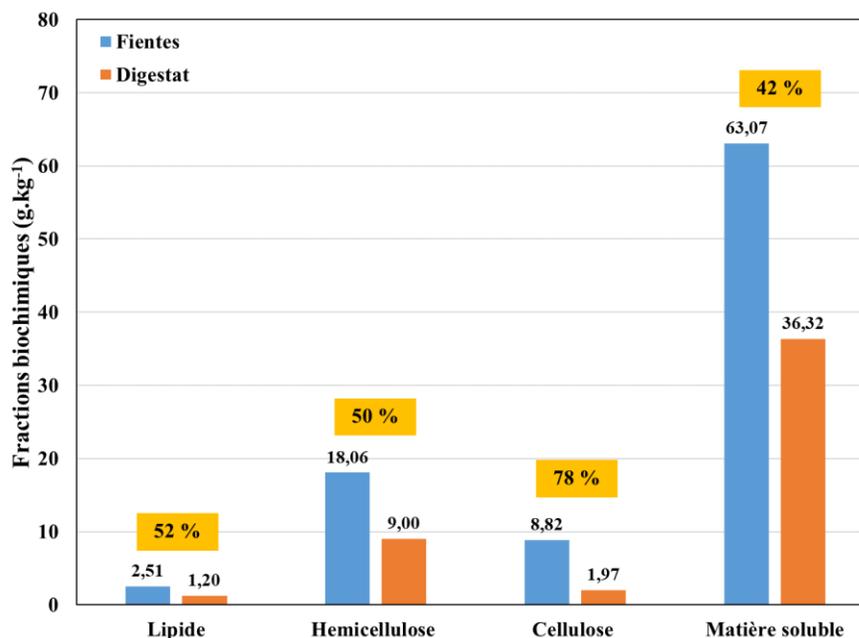
Le Tableau V.20 et la Figure V.30 rapportent les principales fractions de la matière brute du substrat analysé et de celle du digestat à la sortie du réacteur ainsi que le taux de réduction de chaque fraction.

Comme le montre la Figure V.30, les composés solubles représentent la fraction la plus importante dans les fientes (63,1 g·kg<sup>-1</sup> de fientes), constituée de sucres, de protéines, de polyphénols, d'acides organiques et d'huiles, suivie de l'hémicellulose (18,1 g·kg<sup>-1</sup> de fientes) et de la cellulose (8,82 g·kg<sup>-1</sup> de fientes). En ce qui concerne la teneur en lipides, les fientes sont pauvres en matières grasses avec seulement 2,51 %. Très peu d'études couvrent cet aspect pour les fientes de volailles et les résultats trouvés sont généralement hétérogènes. Par exemple, Rahman *et al.*, 2018 ont observé l'inverse de nos résultats, où la teneur en cellulose est plus élevée que celle en hémicellulose dans les fientes de volailles (Rahman *et al.*, 2018). En effet, la teneur en fractions de polysaccharides peut varier en fonction de la paille agrégée aux fientes, constituant leur litière. Ce mélange dépend de chaque élevage et doit être choisi avec soin car il influence directement la cinétique du processus de DA (Paranhos *et al.*, 2020). Par ailleurs, nos fientes de volailles contiennent 2,51 % de lipides, ce qui est comparable aux 2 % de lipides trouvés par Afilal *et al.*, 2014 et implique une teneur faible en lipides des fientes (Afilal *et al.*, 2014).

**Tableau V.20 : Composition biochimique du substrat (fientes) et du digestat et leur taux de réduction après DA**

<b>1 kg de fientes entrantes</b> (MS = 95,4 g·kg <sup>-1</sup> )		<b>1 kg de digestat sortant</b> (MS = 63,29 g·kg <sup>-1</sup> )		<b>% Réduction</b>
63,07 g M. soluble (dont 2,51 g lipides)	→	36,32 g M. soluble (dont 1,20 g lipides)	==	42 %
18,06 g hémicelluloses	→	9,00 g hémicelluloses	==	50 %
8,82 g de celluloses	→	1,97 g de celluloses	==	78 %

À l'égard du digestat, nous constatons une diminution de toutes les fractions déterminées après 90 jours de DA ; à savoir 42 % pour la matière soluble (dont notamment une réduction de 52 % des lipides), 50 % pour l'hémicellulose et 78 % pour la cellulose (Figure V.30 et Tableau V.20).



**Figure V.30 : Composition biochimique de l'intrant (en bleu) et du produit final (en orange) récupéré lors du CSAD. Le taux de réduction de chaque fraction est indiqué sur fond jaune.**

De même, Tambone *et al.*, 2009 ont montré une réduction plus importante de la cellulose (63 %) que de l'hémicellulose (58 %) au cours de la DA d'un mélange de lisier de vache, de déchets agro-industriels et de fractions organiques de déchets solides municipaux dans une usine à grande échelle (Tambone *et al.*, 2009). La cellulose est formée d'une structure cristalline qui empêche la pénétration des micro-organismes ou des enzymes extracellulaires (Carlsson *et al.*, 2012 ; Mirmohamadsadeghi *et al.*, 2021) mais elle peut également exister sous forme amorphe (non cristalline) qui est soluble et peut être facilement digérée par les micro-organismes et les enzymes (Kulasinski *et al.*, 2014). Quant à l'hémicellulose, elle est connue pour sa facilité de dégradation et constitue une importante source de carbone pour les micro-organismes anaérobies (Dinuccio *et al.*, 2010 ; Mottet *et al.*, 2010 ; El Achkar *et al.*, 2018). En plus, il est important de souligner l'effet positif du broyage du substrat effectué avant l'expérience, qui génère une réduction de la taille nécessaire pour obtenir une biomasse lignocellulosique bien fluide et facilement digestible (Moiceanu *et al.*, 2019 ; Oyedeji *et al.*, 2020). Toutes ces constatations appuient le taux élevé de réduction des fractions biochimiques qui, à son tour, explique le rendement élevé en méthane obtenu avec les fientes de volaille.

## **V.2 Effet de la co-digestion des fientes aviaires avec de la boue physico-chimique (un co-produit issu de l'abattoir aviaire) sur le rendement de méthane**

Notre approche implique la co-digestion qui est un processus par lequel deux déchets organiques à haute énergie sont mélangés pour améliorer la dégradation du produit d'intérêt et donc la production de méthane. Le but de cette manipulation est d'optimiser la production de méthane par la co-digestion des fientes aviaires avec de la boue physico-chimique. La boue physico-chimique est le résultat du traitement primaire des eaux usées après le processus d'abattage. Elle a été choisie comme co-substrat suite à la manipulation en mode batch préalablement décrite dans le paragraphe III.1 où elle a marqué une production de méthane plus élevée que celle des fientes et en plus de la facilité de sa récupération et sa préparation en comparaison aux autres déchets d'abattoir. Deux ratios de co-digestion ont été choisis afin de déterminer le meilleur mélange : le ratio 80 % fientes/20 % boues et 60 % fientes/40 % boues en fonction des valeurs de MV (voir paragraphe II.4.2.2).

### *V.2.1 Caractéristiques des substrats et inoculum*

Les caractéristiques physico-chimiques du substrat, du co-substrat et de l'inoculum utilisés dans cette expérience sont présentées dans le Tableau V.21.

On constate que les teneurs en matières sèches et matières volatiles des fientes et des boues sont comparables à celles obtenues précédemment (Chapitre III, paragraphe III.1.1). À noter que les fientes en suspension sont les fientes injectées comme substrat dans le réacteur et diluées à un facteur 1/3.

Comme prévu, les mélanges substrat/co-substrat présentent des valeurs MS et MV comprises entre celles des fientes diluées et des boues.

**Tableau V.21 : Détermination des quantités de MS et de MV du substrat (fientes organiques de poules pondeuses), du co-substrat (boues physico-chimiques), des deux mélanges de co-digestion et de l'inoculum.**

Caractéristiques	Fientes en suspension	Fientes brutes	Boues physico-chimiques	Mélange 80 fientes/20 boues	Mélange 60 fientes/40 boues	Inoculum Gros chêne
<b>Matières sèches (g·kg<sup>-1</sup>)</b>	91,70 ± 0,3	275,11 ± 0,9	56,41 ± 0,66	82,95	75,19	58,43 ± 0,22
<b>Matières volatiles (g·kg<sup>-1</sup>)</b>	65,04 ± 0,21	195,12 ± 0,21	49,31 ± 0,06	61,14	57,68	37,03 ± 0,26

### V.2.2 Expérience en mode semi-continu

Dans cette expérience effectuée dans des bouteilles de 2 litres, les conditions de fonctionnement sont similaires à celles appliquées avec le CSAD. Le TSH a été fixé à 30 jours (Kafle et Kim, 2013 ; Ruffino *et al.*, 2015) et la COA n'a pas dépassé 3 gMV·L<sup>-1</sup>·j<sup>-1</sup> (Rajeshwari *et al.*, 2000) afin de maintenir la stabilité du réacteur. Pendant toute la période expérimentale, la production quotidienne de méthane a été enregistrée. Comme illustré dans la Figure V.31, nous remarquons au quotidien une production moyenne constante de méthane de 0,423, 0,579 et 0,652 Nm<sup>3</sup>·m<sup>-3</sup>réacteur·jour<sup>-1</sup> avec les mélanges 100/0, 80/20 et 60/40, respectivement. Ce résultat reflète l'effet positif de la co-digestion avec la boue physico-chimique : le rendement en méthane augmente avec le ratio substrat/co-substrat de 37 et 54 % pour des pourcentages de 20 et 40 % de boues, respectivement. En fait, le mélange des fientes avec d'autres déchets organiques riches en carbone améliore l'équilibre nutritionnel ; une plus grande charge organique dégradée, une meilleure capacité tampon du mélange, un rendement en biogaz plus élevé et une meilleure qualité du produit digéré peuvent être obtenus (Alvarez *et al.*, 2010 ; Rao et Baral 2011 ; Esposito *et al.*, 2012 ; Wang *et al.*, 2012 ; Li *et al.*, 2019). Abouelenien *et al.*, 2015, ont examiné la co-digestion de fumier de volaille avec des déchets agricoles et ont observé les meilleures performances dans des conditions mésophiles, avec une augmentation de 41,3 % de la production de méthane pour un rapport substrat/co-substrat de 7:3 (base de poids humide) (Abouelenien *et al.*, 2015). De même, une augmentation de 32 % du rendement en méthane a été obtenue après l'ajout de déchets de fruits et légumes au fumier de volaille (rapport de 1:1 en poids humide), attribuée à la réduction de la concentration d'ammoniac que l'on trouve généralement dans le fumier seul (Bres *et al.*, 2018). En

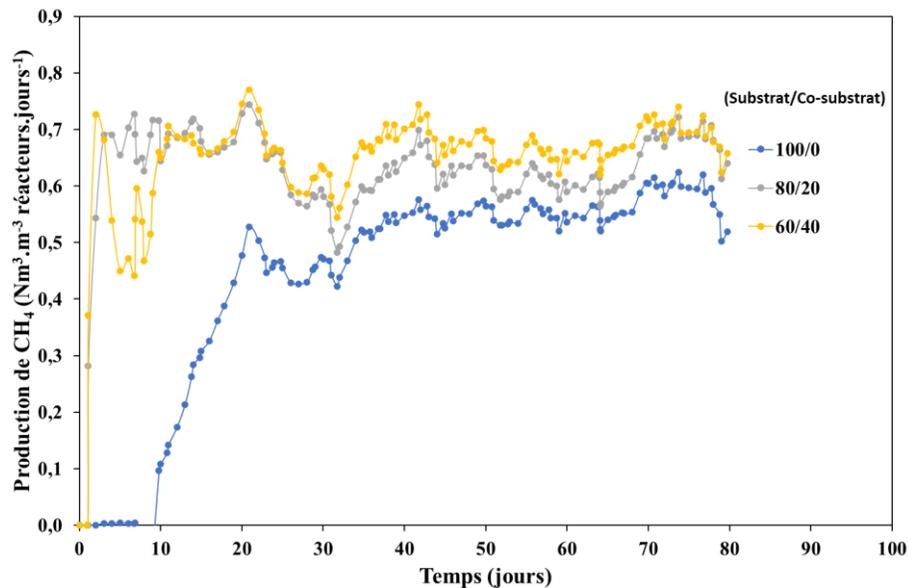
outre, la co-digestion de déchets alimentaires, de boues d'épuration et de litière de volaille à différents ratios a généré des rendements élevés en biogaz ainsi qu'une augmentation de la teneur en méthane (Lohani *et al.*, 2021). Une autre étude sur la co-digestion de fumier de porc avec les eaux usées d'une cave a révélé que l'ajout de 40 % du co-substrat améliorait l'élimination des matières volatiles jusqu'à 61 %, augmentant ainsi le rendement en méthane (Riaño *et al.*, 2011). Le choix de la boue comme co-substrat était basé sur notre étude précédente (détaillée dans le paragraphe III.1) qui a démontré que le potentiel méthanogène de la boue physico-chimique (0,470 Nm<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup>MV) était supérieur à celui des fientes (0,320 Nm<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>·kg<sup>-1</sup>MV). En effet, les boues que nous utilisons ici ont subi un prétraitement physico-chimique à la station d'épuration de l'abattoir. Ce procédé a permis la coagulation des particules permettant la transformation de certains solutés (ex : protéines, métaux lourds) en flocons, facilitant ainsi leur élimination. De plus, le rapport MV/MS de la boue (87 %) est supérieur à celui des fientes (70 %). Le mélange de ces deux derniers permet d'améliorer ce rapport (74 % pour le mélange 80/20 et 77 % pour celui de 60/40). Ce rapport nous renseigne sur la part de matière sèche constituée par des matières organiques susceptibles de fermenter et de produire du biogaz. Ces observations appuient nos résultats.

**Tableau V.22 : Paramètres et conditions opératoires des différents digesteurs anaérobies**

Substrat	100/0	80/20	60/40
Volume du réacteur (Litres)	2	2	2
Période d'opération (jours)	80	80	80
TSH (jours)	30	30	30
COA (gMV·L <sup>-1</sup> ·jour <sup>-1</sup> )	2,17	2,04	1,92
Débit de méthane (Nm <sup>3</sup> ·m <sup>-3</sup> réacteur·jour <sup>-1</sup> )	0,423	0,579	0,652
Production de méthane (Nm <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> ·kg <sup>-1</sup> MV)	0,248	0,388	0,380
CH <sub>4</sub> (%) (analyseur biogaz)	61	64	67
CO <sub>2</sub> (%) (analyseur biogaz)	39	36	33
H <sub>2</sub> S (ppm) (analyseur biogaz)	293	29	20

D'autre part, nous avons effectué une analyse de la composition de biogaz obtenu avec le dispositif GEOTECH 5000 /QED. Selon le Tableau V.22, les pourcentages de méthane obtenus avec les trois échantillons se situent dans la gamme favorable citée antérieurement (Usack *et al.*,

2012). Le plus élevé est observé pour le mélange 60/40 (67 %) suivi de celui obtenu pour le mélange 80/20 (64 %) et enfin de celui avec les fientes seules (61 %). En parallèle, une diminution de sulfure d'hydrogène  $H_2S$  est observée avec l'incorporation de plus de boue. L' $H_2S$  est un gaz toxique produit lors de la DA. Il est issu de la dégradation des sulfates par les bactéries sulfato-réductrices. Autrement, il est produit par dégradation anaérobie de protéines contenant du soufre. Sa dissémination dans l'air entraîne la formation de particules fines et de gaz secondaires eux aussi irritants et toxiques, pour l'homme et les animaux. A 0,008 ppm (seuil de détection de ce gaz), ce gaz est facilement détectable dû à son odeur nauséabonde particulière (odeur d'un œuf pourri). Alors pour les fientes riches en protéines, il est plus avantageux de les mélanger avec d'autres substrats organiques tels que les boues afin de réduire l'émission de  $H_2S$ , purifier le biogaz généré et améliorer la production de méthane.



**Figure V.31 : Production de méthane ( $Nm^3 \cdot Nm^{-3} \text{ réacteur} \cdot \text{jours}^{-1}$ ) obtenue avec chaque ratio de co-digestion (100/0, 80/20 et 60/40) appliqué pendant la durée de cette expérience.**

### V.2.3 Suivi de la manipulation et facteurs de stabilité

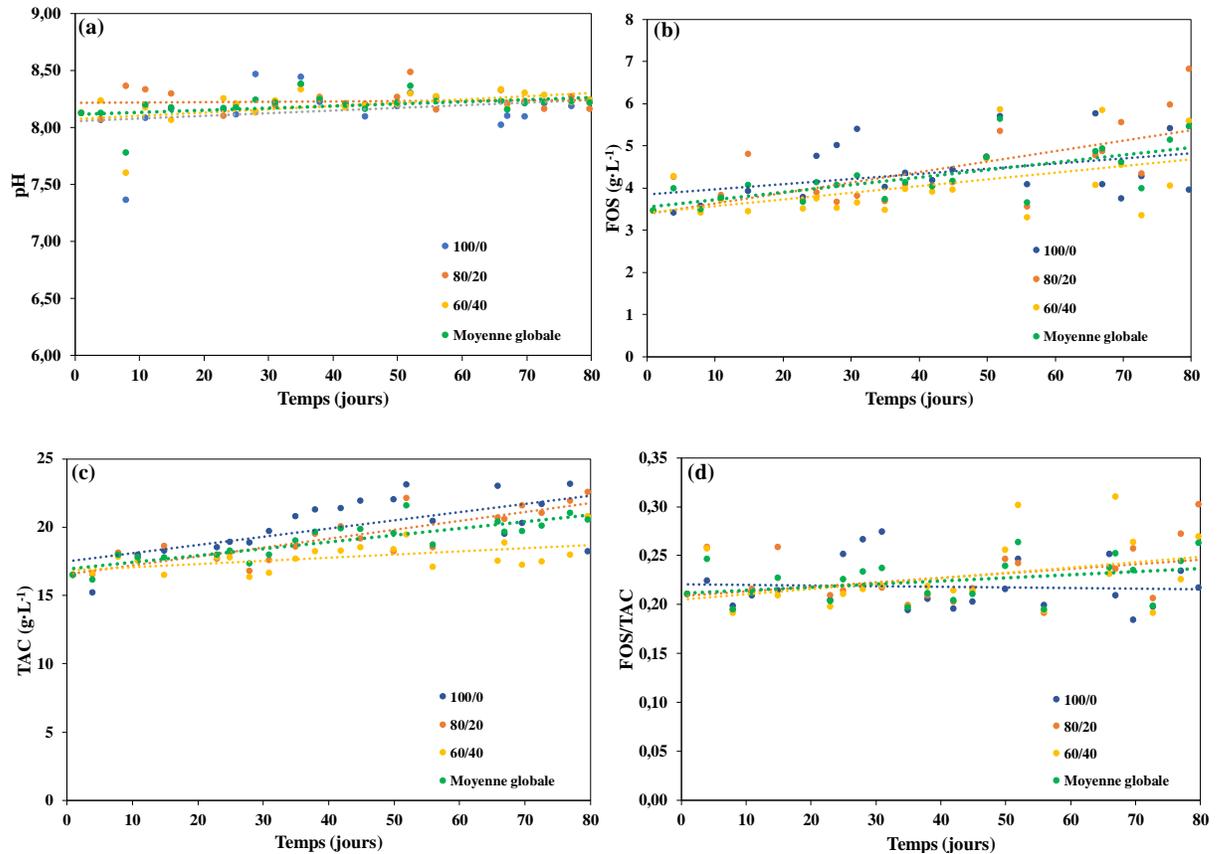
Pour le suivi du processus, les mesures du pH, de TAC et de FOS dans les digesteurs ont été effectuées, précisément deux analyses de FOS/TAC menées par semaine sur le digestat soutiré de chaque réacteur.

La Figure V.32 (a, b, c, d) présente les variations de pH, FOS, TAC et du ratio FOS/TAC respectivement, tout le long de l'expérience et le Tableau V.23 résume la moyenne de chacun de ces facteurs pour chaque réacteur.

**Tableau V.23 : Facteurs de stabilité de chaque duplicata de réacteur représentant les trois rapports de co-digestion. Les valeurs correspondent à la moyenne  $\pm$  l'écart-type de la mesure.**

	pH	FOS (g eq. CH <sub>3</sub> COOH·L <sup>-1</sup> )	TAC (g eq. CaCO <sub>3</sub> ·L <sup>-1</sup> )	FOS/TAC
<b>100/0</b>	8,15 $\pm$ 0,21	4,35 $\pm$ 0,72	19,93 $\pm$ 2,16	0,218 $\pm$ 0,025
<b>80/20</b>	8,23 $\pm$ 0,100	4,40 $\pm$ 0,88	19,18 $\pm$ 1,87	0,227 $\pm$ 0,028
<b>60/40</b>	8,19 $\pm$ 0,15	4,06 $\pm$ 0,79	17,76 $\pm$ 1,05	0,227 $\pm$ 0,034

La Figure V.32a, montre une superposition des courbes soulignant la stabilité du pH pour les trois réacteurs aux alimentations différentes, avec une valeur ne dépassant pas les 8,2 sans ajustement tout au long du processus. En ce qui concerne l'acidité ou les FOS (Figure V.32b), nous avons observé une légère fluctuation des valeurs en fonction de l'alimentation de chaque digesteur, allant de 3,5 g eq. CH<sub>3</sub>COOH·L<sup>-1</sup> à 5 g eq. CH<sub>3</sub>COOH·L<sup>-1</sup>. La valeur moyenne la plus basse de 4,06 g eq. CH<sub>3</sub>COOH·L<sup>-1</sup> correspond au réacteur à ratio de co-digestion 60/40. En parallèle, le TAC (Figure V.32c) fluctue de 17 g eq. CaCO<sub>3</sub>·L<sup>-1</sup> à 23 g eq. CaCO<sub>3</sub>·L<sup>-1</sup> (en fonction de chaque réacteur), la valeur moyenne la plus faible (17,8 g eq. CaCO<sub>3</sub>·L<sup>-1</sup>) étant aussi associée au ratio 60/40. La Figure V.32d illustre la variation du rapport FOS/TAC tout au long de la DA, un rapport proportionnel aux élévations de FOS et de TAC. Il présente une moyenne de 0,218 pour le réacteur sans co-digestion et de 0,227 pour les deux réacteurs de co-digestion (Tableau V.23).



**Figure V.32 : Variation du pH (a), du FOS (b), du TAC (c) et du ratio FOS/TAC (d) dans les réacteurs au cours du temps. Les moyennes globales correspondent à la moyenne des trois mesures**

Ces observations nous permettent de constater qu'une accumulation moyenne de FOS tout au long du procédé est la plus faible lorsque la co-digestion a été conduite avec un ratio de 60/40. En fait, l'ajout de boue permettra d'éviter l'acidité du processus de DA des fientes aviaires (Paranhos *et al.*, 2020). Notons que la valeur de FOS augmente durant l'expérience, entraînant une augmentation proportionnelle de la valeur de TAC, révélant une capacité tampon élevée du système (Pereira *et al.*, 2013). En addition, la vitesse de croissance des bactéries acidogènes (près de 4 jours) étant plus rapide que celle des méthanogènes (près de 10 jours). L'augmentation de la concentration en FOS est due à leur production excessive par les microorganismes acidogènes mais cela n'a pas conduit à une inhibition du processus car leur production a été couplée à leur dégradation par les microorganismes acétogènes et méthanogènes (Ahring *et al.*, 1995 ; Yadvika *et al.*, 2004 ; Moletta, 2015). Alors l'équilibre entre les bactéries acidogènes et méthanogènes engendre la dégradation des acides intermédiaires aussi vite qu'ils sont formés, montrant un bon

pouvoir tampon (Pereira *et al.*, 2013). De plus, le rapport FOS/TAC est inférieur à 0,4 dans tous les réacteurs, ce qui implique la stabilité du processus et l'équilibre des micro-organismes acidogènes, acétogènes et méthanogènes dans les conditions sélectionnées (Vavilin *et al.*, 1997 ; Liu *et al.*, 2021).

### V.3 Conclusion

Les fientes de volaille sont une matière première adaptée aux digesteurs anaérobies. Cependant, leur richesse en azote peut être problématique pour les microorganismes engendrant une inhibition du processus.

Une expérience en mode semi-continu dans un CSAD de 12 litres a été effectuée avec les fientes aviaires comme substrat avec un TSH de 30 jours et une COA de  $2,301 \text{ kgMV} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{j}^{-1}$ . Une production de  $0,791 \text{ Nm}^3 \text{ biogaz} \cdot \text{Nm}^{-3} \text{ réacteur} \cdot \text{jour}^{-1}$  et  $0,623 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{Nm}^{-3} \text{ réacteur} \cdot \text{jour}^{-1}$  de biogaz et de méthane respectivement a été observée durant toute la période de stabilisation du processus. La proportion de méthane était donc de 79 %. La comparaison de cet essai en semi-continu à un autre en mode discontinu représente une efficacité de 82 %. Les paramètres opératoires suivis durant l'expérience attestent de la stabilité du pilote CSAD. Par conséquent, nous avons réussi à mettre en place un modèle de grande efficacité. La caractérisation biochimique du substrat et du digestat final montre une réduction importante des différentes fractions biochimiques. Le rendement en méthane obtenu corrobore ainsi avec la biodégradabilité élevée de ces fractions et met en évidence l'importance de notre consortium microbien, qui a une capacité élevée à la dégradation des fibres, particulièrement. Alors il serait important d'étudier son aspect microbiologique afin de déterminer les bactéries anaérobiques dominantes capables de dégrader des molécules connues comme difficiles à hydrolyser.

Dans le but d'intensifier ce procédé, une co-digestion des fientes aviaires avec de la boue physico-chimique issue du traitement des eaux usées d'abattoirs est effectuée avec différents ratios de substrat/co-substrat, en mode semi-continu et dans des réacteurs de 2 litres. L'ajout de 20 et de 40 % de boue augmente la production de méthane de 37 et 54 %, respectivement. En plus de l'augmentation des quantités de biogaz et méthane obtenus, nous notons une diminution proportionnelle de  $\text{H}_2\text{S}$ . Un  $\text{pH} \leq 8,2$  est observé dans la totalité des réacteurs avec un ratio FOS/TAC aux alentours de  $0,2 < 0,4$  marquant la stabilité et le bon déroulement du processus de

DA. L'ensemble de ces résultats reflètent la pertinence de la co-digestion des fientes avec de la boue physico-chimique.

## VI. Chapitre VI. Conclusions générales et perspectives

La digestion anaérobie est une technologie prometteuse pour la valorisation durable des ressources organiques naturelles. Elle transforme la matière organique biodégradable en biogaz par l'intervention des archées méthanogènes dans des conditions contrôlées. Le secteur aviaire étant l'une des activités agroalimentaires majeures, en France et au Liban, ce travail de thèse s'est concentré sur la valorisation des sous-produits issus de ce secteur par digestion anaérobie afin de générer de l'énergie dite verte sous forme de méthane. Les déchets issus des abattoirs aviaires sont souvent valorisés ; les abats sont transformés en nourriture pour chats et chiens. Tandis que les fientes aviaires sont déversées sur le sol comme étant un fertilisant. Sans traitement préalable, cet acte représente une menace pour l'environnement causant ainsi des problèmes d'odeurs, l'attraction d'insectes et de parasites, la contamination des eaux souterraines, la détérioration de la structure biologique du sol ainsi que l'émission de gaz à effet de serre. Une alternative serait alors de profiter de leur richesse en matières organiques en les utilisant comme substrat pour la production de méthane par la DA. Ce travail de recherche répondrait ainsi à différents besoins incontournables : leur traitement, leur réutilisation appropriée et la création d'une approche sociétale saine contribuant de manière significative à une chaîne écologiquement et économiquement durable.

Dans un premier temps, les caractéristiques de différents déchets aviaires (déchets d'abattoirs et fientes) ainsi que le potentiel méthanogène de chacun ont été déterminés, afin de valider notre biomasse comme source potentielle d'énergie. Le BMP varie selon chaque type de déchets aviaires selon leur teneur en matière organique et leur composition. Le plus élevé est remarqué avec les viscères ( $0,774 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ) et le plus faible avec les boues activées ( $0,260 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4 \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MV}$ ). Une phase de latence importante est observée pour certains substrats (viscères et refus de tamisage) reflétant une extension de la phase d'hydrolyse en raison de la forte teneur en matières grasses. Ensuite, l'effet du prétraitement thermique des substrats par hygiénisation est mis en évidence. Une augmentation du rendement de méthane est notée avec les substrats pré-hygiénisés dont les boues physico-chimiques marquent le gain le plus important (37 %). De plus, une diminution de la phase de latence de 5 et 7 jours est observée chez les refus de tamisage 6 mm et les viscères pré-hygiénisés respectivement, indiquant le renforcement de la dégradation des substrats par le prétraitement thermique appliqué. Ceci souligne l'effet positif de ce traitement sur la production de méthane pour la majorité des substrats.

Après avoir étudié le potentiel méthanogène de l'ensemble des déchets aviaires, les fientes ont été choisies pour la suite des travaux puisqu'elles sont les moins valorisées de nos jours. L'optimisation de la DA des fientes aviaires en mode batch était indispensable afin de préciser les conditions optimales de ce processus. L'influence du ratio S/I, de la nature de l'inoculum des concentrations d'ammoniac et du temps de stockage des fientes sur leur potentiel méthanogène ont été étudiés. Le ratio S/I et la nature de l'inoculum n'ont pas montré un effet significatif sur la production de méthane mais ils ont influencé la constante d'hydrolyse. Particulièrement, un ratio S/I plus faible a accéléré la vitesse d'hydrolyse. Malgré le fait que l'ammoniac est connu pour son effet inhibiteur sur le processus de DA, l'inhibition du processus dans nos expériences n'est observée qu'à partir de concentrations d'ammoniac égales à  $9,8 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ . La tolérance d'une concentration élevée d'ammoniac reflète l'importance de l'inoculum utilisé. L'étude de la variation du BMP des fientes aviaires avec le temps de stockage permet de conclure que ce dernier a un effet négatif sur le rendement de méthane. Le BMP et la constante d'hydrolyse  $K_H$  diminuent avec l'augmentation du temps de stockage suite à la hausse du taux de la matière sèche causé par la déshydratation des fientes et la perte de l'azote par évaporation.

Un autre aspect pionnier de ce projet a consisté en la validation de nos expériences en mode semi-continu et l'extrapolation du procédé à l'échelle industrielle. Une expérience en mode semi-continu dans un CSAD de 12 litres a été effectuée avec les fientes aviaires comme substrat. Un volume de  $0,791 \text{ Nm}^3 \text{ biogaz}\cdot\text{Nm}^{-3}\text{réacteur}\cdot\text{jour}^{-1}$  et  $0,623 \text{ Nm}^3 \text{ CH}_4\cdot\text{Nm}^{-3}\text{réacteur}\cdot\text{jour}^{-1}$  de biogaz et de méthane respectivement ont été produits durant toute la période de stabilisation du processus pour une charge organique appliquée de  $2,301 \text{ kgMV}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{j}^{-1}$  et un temps de séjour hydraulique de 30 jours. Ce procédé en continu s'est avéré prometteur en montrant une efficacité de production de méthane ramenée à la matière organique de 82 % par rapport au mode batch. La caractérisation biochimique du substrat et du digestat final a révélé des taux de réduction élevés pour les différentes fractions étudiées ce qui corrobore le rendement en méthane.

Enfin, nous avons envisagé une optimisation du processus en mode semi-continu en ajoutant de la boue physico-chimique issue du traitement des eaux usées de l'abattoir aviaire. L'ajout de 40 % de boues aux fientes a montré une diminution de la concentration en  $\text{H}_2\text{S}$  du biogaz produit et un gain de productivité en méthane de 54 %.

*Le travail accompli dans ce projet de thèse inspire certaines perspectives :*

Outre le prétraitement thermique et la co-digestion, il existe d'autres voies possibles d'optimisation du processus de DA à partir de déchets aviaires. Il serait alors intéressant d'étudier l'impact d'autres prétraitements sur le processus. Les prétraitements pourraient réduire la taille des installations, minimiser les investissements ou maximiser la quantité des intrants en fonction d'un dimensionnement pertinent. Comme déjà évoqué, les fientes aviaires sont riches en fibres ce qui rend l'application des prétraitements chimiques prometteuse. Ces prétraitements solubilisent les polymères, favorisant la disponibilité de composés organiques pour l'attaque enzymatique. D'autre part, les prétraitements biologiques sont les moins énergivores, et ont un bon rapport coût-efficacité. Ils impliquent l'activité d'enzymes, de champignons et/ou de bactéries spécifiques qui fonctionnent dans un état modéré, ce qui réduit la génération de substances ayant des effets inhibiteurs et améliore le rendement de biogaz. L'inoculation par ces microorganismes pourrait changer la composition chimique et la structure lignocellulosique des déchets rendant certaines molécules plus accessibles aux micro-organismes méthanogènes et aux enzymes hydrolytiques. Ajoutons que les prétraitements par ultrasons et champs électriques pulsés ont pour objectif principal de réduire la taille des particules dans les déchets, augmentant ainsi la surface spécifique des particules et d'extraire des sous-produits intracellulaires. Ils induisent une perforation et une cavitation au niveau des cellules renforçant ainsi l'hydrolyse de ces déchets et par la suite le rendement de méthane. L'évaluation de l'ensemble de ces prétraitements est importante afin non seulement d'optimiser les effets obtenus d'une manière profitable mais notamment de choisir une approche respectueuse de l'environnement.

Dans notre travail, nous avons accompli des DA en mode semi-continu uniquement sur les fientes aviaires. Il est important d'élargir le spectre et d'englober tous les déchets issus des abattoirs aviaires dans le processus à l'échelle industrielle tout en optimisant les conditions opératoires respectives. Cela va encourager les industries aviaires à la valorisation de leurs déchets par méthanisation qui leur rend un double avantage ; se débarrasser des déchets sans nuire à l'environnement et produire du biogaz qui leur servirait comme source d'électricité et/ou de chauffage pour leurs usines.

Un autre moyen d'optimisation du processus sera le travail sur le temps de rétention hydraulique (TSH) couplé à la charge organique appliquée (COA) et de déterminer leur effet sur la DA en mode continu. Cela nous permet de fixer les conditions optimales pour une optimisation

plus idéale du processus et d'obtenir une meilleure vision sur le comportement des archées méthanogènes dans diverses conditions opératoires.

De plus, les fractions solides des digestats récupérés à la fin du processus présentent une richesse en matières minérales et constituent des amendements organiques de qualité pour une valorisation agronomique. Il serait également important de caractériser le digestat en quantité de matières sèches, d'humidité, d'azote total et ammoniacal, de carbone, potassium total et de phosphore total, afin de mieux comprendre sa constitution. Parfois, le digestat devrait subir des traitements tels qu'une séparation de phases, une étape de séchage ou un compostage afin d'éviter les problèmes environnementaux.

La filière de méthanisation ne se limite pas à la production d'énergie mais également du digestat et permet de valoriser et de traiter des déchets et résidus agricoles. Ces derniers services ont un impact sur l'environnement, tel que la réduction des émissions de gaz à effet de serre par rapport au gaz naturel. Il est donc important d'appliquer une analyse du cycle de vie (ACV) afin d'évaluer les principaux effets environnementaux de la DA des fientes aviaires et du biométhane généré sur l'ensemble de son cycle de vie. Ainsi une étude technico-économique développée donnant une idée sur la faisabilité du processus permettrait donc de mieux évaluer les dépenses énergétiques liées à ce processus et d'effectuer un bilan énergétique précis.

Enfin, nous proposons de mener une étude microbiologique pour caractériser la diversité phylogénétique des communautés bactériennes et comprendre leurs dynamiques de comportement. Ces recherches mettent en évidence l'importance du choix de l'inoculum selon la nature des espèces microbiennes présentes, caractérisant leurs comportements et performances durant la DA, en apportant des informations supplémentaires sur les vitesses et les taux de dégradation du substrat. Les études métagénomiques permettraient l'analyse de la diversité et de la composition de l'inoculum utilisé.

Pour une aide complète à la décision, il faudrait également pouvoir réaliser une comparaison à d'autres filières de valorisation comme la méthanisation solide, le compostage ou la pyrolyse et la gazéification en prenant en compte les aspects énergétiques, économiques et sanitaires liés à la dissémination de contaminants (notamment microbiologiques) dans l'environnement.

## Références bibliographiques

- Abbas, I. I., Chaaban, J.K., Al-Rabaa, A-R. and Shaar, A.A., 2017, Solid Waste Management in Lebanon : Challenges and Recommendation, Journal of Environment and Waste Management, 4(3): 053–063. <https://premierpublishers.org/jewm/050820178401.pdf>.
- Abbasi, T., Tauseef, S.M. and Abbasi, S.A., 2012. Anaerobic Digestion for Global Warming Control and Energy Generation - An Overview, Renewable and Sustainable Energy Reviews, 16(5): 3228–42. <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2012.02.046>.
- Abbassi-Guendouz, A., Brockmann, D., Trably, E., Dumas, C., Delgenès, J.P., Steyer, J.P. and Escudié, R., 2012, Total solids content drives high solid anaerobic digestion via mass transfer limitation, Bioresour. Technol., 111:55–61. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.01.174>
- Aboudi, K., Álvarez-Gallego, C.J., Romero-García, L.I., 2015, Semi-continuous anaerobic codigestion of sugar beet byproduct and pig manure: Effect of the organic loading rate (OLR) on process performance, Bioresour. Technol, 194, 283–290. doi: 10.1016/j.biortech.2015.07.031
- Abouelenien, F., Fujiwara, W., Namba, Y., Kosseva, M., Nishio, N. and Nakashimada Y., 2010. Improved Methane Fermentation of Chicken Manure via Ammonia Removal by Biogas Recycle, Bioresource Technology, 101(16): 6368–73. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2010.03.071>.
- Abouelenien, F., Namba, Y., Nishio, N. and Nakashimada, Y., 2015, Dry Co-Digestion of Poultry Manure with Agriculture Wastes, Applied Biochemistry and Biotechnology 178(5): 932–46.
- ADEME, 2012. Fientes de Volailles, Fiche Organique, Les sols vivants BIO-ADEME 19: 4.
- ADEME, 2015. Les Energies Renouvelables Au Liban En 2015, ALMEE.
- ADEME, 2021. Déchets chiffres-clés, L’essentiel 2021
- Afilal, M.E., Elasri, O. and Merzak, Z., 2014, Caractérisations Des Déchets Organiques et Évaluation Du Potentiel Biogaz (Organic Waste Characterization and Evaluation of Its Potential Biogas), J. Mater. Environ., Sci 5(4): 2014.
- Agreste Bretagne, 2013, "Aviculture" : Une Volaille Française Sur Trois Est Bretonne, DRAAF de Bretagne. <https://www.ovocom.fr/wp-content/uploads/2014/01/300114.pdf>
- Agreste Bretagne, 2019, “Filière volailles de ponte Édition 2019” DRAAF de Bretagne.
- Agreste conjoncture, 2020, "Aviculture", Agreste Infos rapides – Aviculture – Mars 2020 – n 2020-27, <https://agreste.agriculture.gouv.fr/agresteweb/download/publication/publie/IraAvi2027/2020-27inforapaviculture.pdf>

- Agyeman, F.O. and Wendong, T., 2014. Anaerobic Co-Digestion of Food Waste and Dairy Manure: Effects of Food Waste Particle Size and Organic Loading Rate, *Journal of Environmental Management*, 133: 268–74. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jenvman.2013.12.016>.
- Ahring, B.K., Sandberg, M. and Angelidaki, I., 1995, Volatile fatty acids as indicators of process imbalance in anaerobic digestors, *Appl. Microbiol. Biotechnol.* 43, 559–565. doi:10.1007/BF00218466.
- Alvarez, J.A., Otero, L. and Lema, J.M., 2010, A methodology for optimising feed composition for anaerobic co-digestion of Agro-industrial waste, *Bioresource Technology*, 101, 1153–1158.
- Angelidaki, I. and Ahring, B.K., 1994, Anaerobic Thermophilic Digestion of Manure at Different Ammonia Loads: Effect of Temperature, *Water Research*, 28(3): 727–31.
- Angelidaki, I. and Sanders, W., 2004, Assessment of the Anaerobic Biodegradability of Macropollutants, *Reviews in Environmental Science and Biotechnology*, 3(2): 117–29.
- Anjum, R., Grohmann, E. and Krakat, N., 2017, Anaerobic Digestion of Nitrogen Rich Poultry Manure: Impact of Thermophilic Biogas Process on Metal Release and Microbial Resistances, *Chemosphere*, 168: 1637–47. <http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.11.132>.
- Babae, A., Shayegan, J. and Roshani, A., 2013, Anaerobic Slurry Co-Digestion of Poultry Manure and Straw: Effect of Organic Loading and Temperature, *Journal of Environmental Health Science and Engineering*, 11(1): 1. *Journal of Environmental Health Science and Engineering*.
- Bassani, I., Kougiass, P.G., Treu, L. and Angelidaki, I., 2015, Biogas Upgrading via Hydrogenotrophic Methanogenesis in Two-Stage Continuous Stirred Tank Reactors at Mesophilic and Thermophilic Conditions, *Environ Sci Technol*, 2015 Oct 20;49(20):12585-93. doi: 10.1021/acs.est.5b03451. Epub 2015 Oct 1. PMID : 26390125.
- Bassompierre, C., 2007, Procédé à Boues Activées Pour Le Traitement d' Effluents Papetiers : De La Conception d' Un Pilote à La Validation de Modèles, domain\_stic.inge. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, Français.
- Bayr, S., Rantanen, M., Kaparaju, P. and Rintala, J., 2012, Mesophilic and Thermophilic Anaerobic Co-Digestion of Rendering Plant and Slaughterhouse Wastes, *Bioresource Technology*, 104: 28–36. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2011.09.104>.
- Bayrakdar, A., Molaey, R., Sürmeli, R.Ö., Sahinkaya, E. and Çalli, B., 2017a, Biogas Production from Chicken Manure: Co-Digestion with Spent Poppy Straw, *International Biodeterioration and Biodegradation* 119: 205–10.
- Bayrakdar, A., Sürmeli, R.Ö. and Çalli, B., 2017b, Dry Anaerobic Digestion of Chicken Manure Coupled with Membrane Separation of Ammonia, *Bioresource Technology*, 244(June): 816–23. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2017.08.047>.

- Béline, F., Girault, R., Nauleau, F. and Bridoux, G., 2013, La Co-Digestion Anaérobie Des Boues d'épuration et de Déchets Organiques d'origine Périurbaine, Sciences Eaux & Territoires Numéro 12(3): 54-57. <https://doi.org/10.3917/set.012.0054>
- Bendixen, H.J., 1999, Hygienic Safety—Results of Scientific Investigations in Denmark (Sanitation Requirements in Danish Biogas Plants).
- Bernet, N., 2015, Principes Et Application De La Digestion Anaérobie Pour La Production D'Énergie, Colloque international sur le thème « Biodiversité et changements globaux : valorisation des effluents des industries, des résidus agro-pastoraux et forestiers », Du 21 au 23 juillet 2015 à l'Université de Ngaoundéré, Cameroun : 8. <https://www.researchgate.net/publication/284715411>.
- Bi, S., Westerholm, M., Qiao, W., Xiong, L., Mahdy, A., Yin, D., Song Y. and Dong, R., 2020a, Metabolic Performance of Anaerobic Digestion of Chicken Manure under Wet, High Solid, and Dry Conditions, Bioresource Technology, 296(August 2019): 122342. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.122342>.
- Bi, S., Qiao, W., Xiong, L., Mahdy, A., Wandera, S.M., Yin, D. and Dong, R., 2020b, Improved High Solid Anaerobic Digestion of Chicken Manure by Moderate in Situ Ammonia Stripping and Its Relation to Metabolic Pathway, Renewable Energy 146: 2380–89. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.08.093>.
- Bioprocess Control Sweden AB, 2017, Discover the Benefits of the Methane Potential Analysis Made Easier, <https://www.weber-entec.com/app/uploads/2017/12/AMPTS-Flyer-BPC.pdf>
- Blazy Vincent, 2021, réussir Volaille, Les fientes de poules épandues perdent peu d'azote Publié le 2 novembre 2021.
- Böjti, T., Kovás, K.L., Kakuk, B., Wirth, R., Rákhely, G. and Bagi, Z., 2017, Pretreatment of Poultry Manure for Efficient Biogas Production as Monosubstrate or Co-Fermentation with Maize Silage and Corn Stover, Anaerobe. 46: 138–45.
- Borowski, S., Domański, J. and Weatherley, L., 2014, Anaerobic Co-Digestion of Swine and Poultry Manure with Municipal Sewage Sludge, Waste Management, 34(2): 513–21. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X13005084>.
- Boyle, W.C., 1976, Energy recovery from sanitary landfills-a review. In: Schlegel, H.G., Barnea, J. (Eds.), Microbial Energy Conversion. Pergamon Press, Oxford, pp. 19–138.
- Bres, P.A., Beily, M.E., Young, B.J., Gasulla, J., Butti, M., Crespo, D., Candal, R. and Komilis, D.P., 2018, Performance of Semi-Continuous Anaerobic Co-Digestion of Poultry Manure with Fruit and Vegetable Waste and Analysis of Digestate Quality: A Bench Scale Study, J. Waste Manag, 82: 276–84, <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.10.041>.
- Buffiere, P., Frederic, S., Marty, B. and Delgenes, J-P., 2008, A Comprehensive Method for Organic Matter Characterization in Solid Wastes in View of Assessing Their Anaerobic Biodegradability,

- Water Science and Technology 58(9): 1783–88, <file:///wst/article/58/9/1783/14927/A-comprehensive-method-for-organic-matter>.
- Bujoczek, G., Oleszkiewicz, J., Sparling, R., and Cenkowski, S., 2000, High solid anaerobic digestion of chicken manure. *J Agric Eng Res.*, 76(1):51–60.
- Bull, M.A., Sterritt, R.M. and Lester, J.N., 1983, An evaluation of four start-up regimes for anaerobic fluidized bed reactors, *Biotechnol. Lett.*, 5, 333–338. doi:10.1007/BF01141134
- Buswell, A. M. and Mueller, H. F., 1952, Mechanism of Methane Fermentation, *Industrial & Engineering Chemistry*, 44(3): 550–52.
- Caillet, H., Lebon, E., Akinlabi, E., Madyira, D. and Adelard, L., 2019, Influence of inoculum to substrate ratio on methane production in Biochemical Methane Potential (BMP) tests of sugarcane distillery waste water, *Procedia Manuf*, 35: 259-264. 10.1016/j.promfg.2019.05.037.
- Callaghan, F.J., Wase, D.A.J., Thayanithy, K. and Forster, C.F., 2002, Continuous co-digestion of cattle slurry with fruit and vegetable wastes and chicken manure, *Biomass Bioenergy*, 22, 71–77. doi:10.1016/S0961-9534(01)00057-5
- Calli, B., Mertoglu, B., Inanc, B. and Yenigun, O., 2005, Methanogenic Diversity in Anaerobic Bioreactors under Extremely High Ammonia Levels, *Enzyme and Microbial Technology*, 37(4): 448–55.
- Capson-Tojo, G., Ruiz, D., Rouez, M., Crest, M., Steyer, J-P., Bernet, N., Delgenès, J-P. and Escudié R., 2017, Accumulation of Propionic Acid during Consecutive Batch Anaerobic Digestion of Commercial Food Waste, *Bioresource Technology*, 245(June): 724–33. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.08.149>.
- Carlsson, M., Lagerkvist, A. and Morgan-Sagastume, F., 2012, The Effects of Substrate Pre-Treatment on Anaerobic Digestion Systems: A Review, *Waste Management*, 32(9): 1634–50. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X12001808>.
- Chaiprasert, P., 2011, Biogas Production from Agricultural Wastes, *Journal of sustainable energy & environment*, special issue: 63–65.
- Chamaa, M.A., 2017, Couplage de la méthanisation et des électrotechnologies : intensification de la production de biogaz et du séchage du digestat, Université Bretagne Sud (Université Bretagne Loire), <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01763674/document>.
- Choi, J-M., Han, S-K. and Lee, C-Y., 2018, Enhancement of Methane Production in Anaerobic Digestion of Sewage Sludge by Thermal Hydrolysis Pretreatment, *Bioresource Technology*, 259(February): 207–13. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.02.123>.
- Choo-Kun, M., Figsativa, H., Conteau, D. and Gourdon, R., 2015, Influence de La Température Sur La Méthanisation de Boues Primaires d'épuration, *Déchets, sciences et techniques* (66).

- Choong, Y.Y., Norli, I., Abdullah, A.Z. and Yhaya, M.F., 2016, Impacts of Trace Element Supplementation on the Performance of Anaerobic Digestion Process: A Critical Review, *Bioresource Technology*, 209: 369–79. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2016.03.028>.
- Chuenchart, W., Logan, M., Leelayouthayotin, C. and Visvanathan, C., 2020, Enhancement of Food Waste Thermophilic Anaerobic Digestion through Synergistic Effect with Chicken Manure, Biomass and Bioenergy, 136(June 2019): 105541. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2020.105541>.
- Cirad, Transformation Des Déchets Pour Leur Valorisation Agricole, (diapo 6). [https://agritrop.cirad.fr/569909/2/document\\_569909.pdf](https://agritrop.cirad.fr/569909/2/document_569909.pdf).
- Climent, M., Ferrer, I., Baeza, M.d.M., Artola, A., Vázquez, F. and Font, X., 2007, Effects of Thermal and Mechanical Pretreatments of Secondary Sludge on Biogas Production under Thermophilic Conditions, *Chemical Engineering Journal*, 133(1–3): 335–42. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1385894707001234>.
- Coltier, Y. and Plouhinec, C., 2019, Chiffres Clés Des Énergies Renouvelables - Édition 2019 : 1–92.
- CORPEN - Volailles, 2013, Estimation Des Rejets d'Azote, Phosphore, Potassium, Calcium, Cuivre, Zinc Par Les Élevages Avicoles, Itavi : 55.
- Cresson, R., 2006, Etude du démarrage de procédés intensifs de méthanisation : Impact des conditions hydrodynamiques et de la stratégie de montée en charge sur la formation et l'activité du biofilm, Thèse de l'Université de Montpellier II, France.
- Cresson, R., 2011, Méthanisation, Narbonne, : 1–66. <http://www.montpellier.inra.fr/narbonne>.
- Cresson, R., 2017, Méthanisation de La Biomasse, *Techniques de l'Ingénieur* 33(0).
- Cuetos, M.J., Gómez, X., Otero, M. and Morán, A., 2010, Anaerobic Digestion and Co-Digestion of Slaughterhouse Waste (SHW): Influence of Heat and Pressure Pre-Treatment in Biogas Yield, *Waste Management*, 30(10): 1780–89. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X10000802>.
- Cuetos, M.J., Gómez, X., Otero, M. and Morán, A., 2008, Anaerobic Digestion of Solid Slaughterhouse Waste (SHW) at Laboratory Scale: Influence of Co-Digestion with the Organic Fraction of Municipal Solid Waste (OFMSW), *Biochemical Engineering Journal*, 40(1): 99–106.
- Dalkilic, K. and Ugurlu, A., 2015, Biogas Production from Chicken Manure at Different Organic Loading Rates in a Mesophilic-Thermophilic Two Stage Anaerobic System, *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 120(3): 315–22.

- Dareioti, M.A. and Kornaros, M., 2014, Effect of Hydraulic Retention Time (HRT) on the Anaerobic Co-Digestion of Agro-Industrial Wastes in a Two-Stage CSTR System, *Bioresource Technology*, 167: 407–15. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2014.06.045>.
- De Vrieze, J., Gildemyn, S., Vilchez-Vargas, R., Jáuregui, R., Pieper, D.H., Verstraete, W. and Boon, N., 2015, Inoculum selection is crucial to ensure operational stability in anaerobic digestion, *Appl. Microbiol. Biotechnol.*, 99: 189–199, <https://doi.org/10.1007/s00253-014-6046-3>.
- De Vrije, T., Bakker, R.R., Budde, M.A.W., Lai, M.H., Mars, A.E. and Claassen, P.A.M., 2009, Efficient Hydrogen Production from the Lignocellulosic Energy Crop *Miscanthus* by the Extreme Thermophilic Bacteria *Caldicellulosiruptor Saccharolyticus* and *Thermotoga Neapolitana*, *Biotechnology for Biofuels* 2: 1–15.
- Decoopman, B., 2006, Caractérisation de Fertilisants Organiques, chambre d'agriculture Bretagne (ADEME). [http://draaf.bretagne.agriculture.gouv.fr/IMG/pdf/dossier\\_caracterisation\\_fumier\\_volaille\\_cle884979.pdf](http://draaf.bretagne.agriculture.gouv.fr/IMG/pdf/dossier_caracterisation_fumier_volaille_cle884979.pdf).
- Demichelis, F., Tommasi, T., Deorsola, F.A., Marchisio, D., and Fino, D., 2022, Effect of inoculum origin and substrate-inoculum ratio to enhance the anaerobic digestion of organic fraction municipal solid waste (OFMSW), *J Clean Prod.*, 351:131539. doi:10.1016/J.JCLEPRO.2022.131539.
- Dhungana, B., Lohani, S.P. and Marsolek, M., 2022, Anaerobic Co-Digestion of Food Waste with Livestock Manure at Ambient Temperature: A Biogas Based Circular Economy and Sustainable Development Goals, *Sustainability*, 14, 3307. <https://doi.org/10.3390/su14063307>.
- Dinuccio, E., Balsari, P., Gioelli, F. and Menardo, S., 2010, Evaluation of the biogas productivity potential of some Italian agro-industrial biomasses, *Bioresour. Technol.*, 101, 3780– 3783. doi: 10.1016/j.biortech.2009.12.113.
- Divya, D., Gopinath, L.R. and Merlin Christy, P., 2015, A Review on Current Aspects and Diverse Prospects for Enhancing Biogas Production in Sustainable Means, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 42: 690–99. <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2014.10.055>.
- Edström, M., Nordberg, Å. and Thyselius, L., 2003, Anaerobic Treatment of Animal Byproducts from Slaughterhouses at Laboratory and Pilot Scale, *Applied Biochemistry and Biotechnology - Part A Enzyme Engineering and Biotechnology*, 109(1–3): 127–38. <https://doi.org/10.1385/ABAB:109:1-3:127>.
- Ekwater, 2019, *Les Énergies Renouvelables Dans Le Monde : Panorama*.
- El Achkar, J.H., Lendormi, T., Salameh, D., Louka, N., Maroun, R.G., Lanoisellé, J-L. and Hobaika, Z., 2018, Anaerobic Digestion of Grape Pomace: Effect of the Hydraulic Retention Time on Process Performance and Fibers Degradability, *Waste Management*, 71: 137–46. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2017.11.005>.

- El Achkar, J.H., Lendormi, T., Hobaika, Z., Salameh, D., Louka, N., Maroun, R.G. and Lanoisellé, J-L., 2016, Anaerobic Digestion of Grape Pomace: Biochemical Characterization of the Fractions and Methane Production in Batch and Continuous Digesters, *Waste Management*, 50: 275–82. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2016.02.028>.
- Elbeshbishy, E., Nakhla, G. and Hafez, H., 2012, Biochemical methane potential (BMP) of food waste and primary sludge: influence of inoculum pre-incubation and inoculum source. *Bioresour Technol*, 110:18–25. doi:10. 1016/j.biortech.2012.01.025.
- El Jalil, M.H., Faid, M. and Elyachioui, M., 2001, A Biotechnological Process for Treatment and Recycling Poultry Wastes Manure as a Feed Ingredient, *Biomass and Bioenergy*, 21(4): 301–9.
- Energy Bit, Que Sont Les Sources d'énergie Renouvelable ? *Intelligent Energy Europe* : 1–6. [http://www.2020energy.eu/sites/default/files/pdf/sources\\_d\\_energie\\_renouvelable.pdf](http://www.2020energy.eu/sites/default/files/pdf/sources_d_energie_renouvelable.pdf).
- Esposito, G., Frunzo, L., Panico, A. and Pirozzi, F., 2012, Enhanced bio-methane production from co-digestion of different organic wastes, *Environmental Technology*, 33, 2733–2740.
- Fantozzi, F. and Buratti, C., 2009, Biogas Production from Different Substrates in an Experimental Continuously Stirred Tank Reactor Anaerobic Digester, *Bioresource Technology* 100(23): 5783–89. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2009.06.013>.
- FAO, 2017, Étude Sur L ' Agriculture Familiale À Petite Échelle Au Proche-Orient Et Étude Sur L ' Agriculture Familiale À Petite Échelle Au Proche-Orient Et.
- FAOSTAT, Food and Agriculture Organization of the United Nations Statistics, <https://www.fao.org/faostat/en/#data/QCL>
- Farrow, C., Crolla, A., Kinsley, C. and McBean, E., 2017, Ammonia Removal from Poultry Manure Leachate via Struvite Precipitation: A Strategy for More Efficient Anaerobic Digestion, *International Journal of Environmental Technology and Management* 20(1–2): 87–100.
- Federal Ministry of Food and Agriculture—FNR. Guide to Biogas from Production to Use, July 2012, Available online: <https://mediathek.fnr.de/broschuren/fremdsprachige-publikationen/english-books/guideto-biogas-from-production-to-use.html>
- Fotidis, I.A., Karakashev. D., Kotsopoulos, T.A., Martzopoulos, G.G. and Angelidaki, I., 2012, Effect of Ammonium and Acetate on Methanogenic Pathway and Methanogenic Community Composition, *FEMS Microbiology Ecology* 83(1): 38–48.
- Frédéric, S. and Lugardon, A., 2007, Méthanisation Des Effluents Industriels Liquides, *Science* 7(1992) : 1–2.

- Gashaw, A., 2014, Anaerobic Co-Digestion of Biodegradable Municipal Solid Waste with Human Excreta for Biogas Production: A Review, *Am. J. Appl. Chem.*, 2, 55. doi: 10.11648/j.ajac.20140204.12
- Gaur, R.Z. and Suthar, S., 2017, Anaerobic Digestion of Activated Sludge, Anaerobic Granular Sludge and Cow Dung with Food Waste for Enhanced Methane Production, *Journal of Cleaner Production* 164: 557–66. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.06.201>.
- Gavala, H.N, Yenal, U., Skiadas, I.V., Westermann, P. and Ahring, B.K., 2003, Mesophilic and Thermophilic Anaerobic Digestion of Primary and Secondary Sludge. Effect of Pre-Treatment at Elevated Temperature, *Water Research*, 37(19): 4561–72. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0043135403004019>.
- Ghosh, S. and Pohland, F.G., 1974, Kinetics of Substrate Assimilation and Product Formation in Anaerobic Digestion, *J. Water Pollut. Control Fed.* 46, 748–759.
- Gibson, A.M., Bratchell, N. and Roberts, T.A., 1987, The Effect of Sodium Chloride and Temperature on the Rate and Extent of Growth of Clostridium Botulinum Type A in Pasteurized Pork Slurry, *Journal of Applied Bacteriology*, 62(6): 479–90. <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1365-2672.1987.tb02680.x/abstract>.
- Gómez, D., Ramos-Suárez, J.L., Fernández, B., Muñoz, E., Tey, L., Romero-Güiza, M., Hansen, F., 2019, Development of a Modified Plug-Flow Anaerobic Digester for Biogas Production from Animal Manures, *Energies*, 12, 2628. <https://doi.org/10.3390/en12132628>.
- Gomgnimbou, A.P.K., Bandaogo, A.A., Kalifa, C., Sanon, A., Ouattara, S. and Nacro, H.B., 2019, Effets à Court Terme de l'application Des Fientes de Volaille Sur Le Rendement Du Maïs (*Zea Mays L.*) et Les Caractéristiques Chimiques d'un Sol Ferralitique Dans La Zone Sud-Soudanienne Du Burkina Faso, *International Journal of Biological and Chemical Sciences* 13(4): 2041.
- Grim, J., Malmros, P., Schnürer, A. and Nordberg, Å., 2015, Comparison of Pasteurization and Integrated Thermophilic Sanitation at a Full-Scale Biogas Plant – Heat Demand and Biogas Production, *Energy*, 79: 419–27. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360544214012833>.
- Gu, Y., Chen, X., Liu, Z., Zhou, X. and Zhang, Y., 2014, Effect of inoculum sources on the anaerobic digestion of rice straw, *Bioresour Technol.*, 158:149–155. doi:10. 1016/j.biortech.2014.02.011.
- Guillaume, S., and Lendormi, T., 2015, Anaerobic Co-Digestion of Dairy Cattle Slurry and Agro-Industrial Fats: Effect of Fat Ratio on the Digester Efficiency, *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 93(2): 304–8.
- Haumont, A., Lafoux, F. and Vrignaud, G., 2019, Les Enjeux Sanitaires de La Méthanisation, In *BIOGAZ EUROPE*.

- Hejnfelt, A. and Angelidaki, I., 2009, Anaerobic Digestion of Slaughterhouse By-Products, Biomass and bioenergy, 33(8): 1046–54. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0961953409000610>.
- Himmel, M.E., Ding, S.Y., Johnson, D.K., Adney, W.S., Nimlos, M.R., Brady, J.W. and Foust, T.D., 2007, Biomass recalcitrance: engineering plants and enzymes for biofuels production, Science, 9;315(5813):804-7. doi: 10.1126/science.1137016.
- Holliger, C., Alves, M., Andrade, D., Angelidaki, I., Astals, S., Baier, U., Bougrier, C., Buffière P., Carballa, M., Wilde, V., Ebertseder, F., Fernández, B., Ficara, E., Fotidis, I., Frigon, J.C., Fruteau, H., Ghasimi, D., Hack, G., Hartel, M. and Wierinck, I., 2016, Towards a standardization of biomethane potential tests, Water Sci. Technol. 74. doi: 10.2166/wst.2016.336.
- House, H., 2007, ALTERNATIVE ENERGY SOURCES – BIOGAS PRODUCTION (April).
- Hunik, J.H., Hamelers, H.V.M. and Koster, I.W., 1990, Growth-Rate Inhibition of Acetoclastic Methanogens by Ammonia and PH in Poultry Manure Digestion, Biological Wastes, 32(4): 285–97.
- Indren, M., Birzer, C.H., Kidd, S.P. and Medwell, P.R., 2020, Effect of Total Solids Content on Anaerobic Digestion of Poultry Litter with Biochar, Journal of Environmental Management, 255(August 2019): 109744. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2019.109744>.
- Izumi, K., Okishio, Y-k., Nagao, N., Niwa, C., Yamamoto, S. and Toda, T., 2010, Effects of Particle Size on Anaerobic Digestion of Food Waste, International Biodeterioration and Biodegradation, 64(7): 601–8. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ibiod.2010.06.013>.
- Jiang, Y., McAdam, E., Zhang, Y., Heaven, S., Banks, C.J. and Longhurst, P., 2019, Ammonia Inhibition and Toxicity in Anaerobic Digestion: A Critical Review, J. Water Process. Eng., 32(April): 100899. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2019.100899>.
- Jouni, A., and Mourtada, A., 2013, Tendances de l' Efficacité Énergétique Au Liban, ADEME.
- Kafle, G.K. and Chen, L., 2016, Comparison on Batch Anaerobic Digestion of Five Different Livestock Manures and Prediction of Biochemical Methane Potential (BMP) Using Different Statistical Models, Waste Management, 48: 492–502. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X15301707>.
- Kafle, G.K. and Kim, S.H., 2013, Anaerobic Treatment of Apple Waste with Swine Manure for Biogas Production: Batch and Continuous Operation, Applied Energy, 103: 61–72. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0306261912007222>.
- Karakashev, D., Batstone, D.J. and Angelidaki, I., 2005, Influence of Environmental Conditions on Methanogenic Compositions.Pdf, Applied and Environmental Microbiology, 71(1): 331–38.
- Kassab, M., 2005, Organisation Des Services Publics Vétérinaires Au Liban Actualités et Perspectives.

- Kayhanian, M., 1999, Ammonia Inhibition in High-Solids Biogasification: An Overview and Practical Solutions, *Environmental Technology (United Kingdom)* 20(4): 355–65.
- Kawai, M., Nagao, N., Tajima, N., Niwa, C., Matsuyama, T. and Toda, T., 2014, The effect of the labile organic fraction in food waste and the substrate/ inoculum ratio on anaerobic digestion for a reliable methane yield, *Bioresour Technol.*,157:174–180. doi:10.1016/j.biortech.2014. 01.018.
- Khan, M.U., Ahmad, M., Sultan, M., Soho, I., Ghimire, P.C., Zahid, A., Sarwar, A., Farooq, M., Sajjad, U., Abdeslahian, P., Yousaf, M., 2021, Biogas Production Potential from Livestock Manure in Pakistan, *Sustainability*, 13, 6751. <https://doi.org/10.3390/su13126751>.
- Khoufi, S., Louhichi, A. and Sayadi, S., 2015, Optimization of Anaerobic Co-Digestion of Olive Mill Wastewater and Liquid Poultry Manure in Batch Condition and Semi-Continuous Jet-Loop Reactor, *Bioresource Technology*, 182: 67–74. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2015.01.092>.
- Kong, X., Xu, S., Liu, J., Li, H., Zhao, K. and He, L., 2016, Enhancing Anaerobic Digestion of High-Pressure Extruded Food Waste by Inoculum Optimization, *Journal of Environmental Management* 166: 31–37. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jenvman.2015.10.002>.
- Krylova, NI., Khabiboulline, RE., Naumova, RP. and Nagel, M.A., 1997, The influence of ammonium and methods for removal during the anaerobic treatment of poultry manure. *J Chem Technol Biotechnol*, 70:99–105.
- Kulasinski, K., Keten, S., Churakov, S.V., Derome, D. and Carmeliet, J., 2014, A comparative molecular dynamics study of crystalline, paracrystalline and amorphous states of cellulose, *Cellulose*, 21, 1103–1116.
- Kuruti, K., Nakkasunchi, S., Begum, S., Juntupally, S., Arelli, V. and Anupoju, G.R., 2017, Rapid Generation of Volatile Fatty Acids (VFA) through Anaerobic Acidification of Livestock Organic Waste at Low Hydraulic Residence Time (HRT), *Bioresource Technology*, 238: 188–93. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2017.04.005>.
- Labatut, R.A. and Pronto, J.L., 2018, Sustainable Food Waste-to-Energy Systems Sustainable Waste-to-Energy Technologies: Anaerobic Digestion, Elsevier Inc. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-811157-4.00004-8>.
- Latifi, P., Karrabi, M. and Danesh, S., 2019, Anaerobic Co-Digestion of Poultry Slaughterhouse Wastes with Sewage Sludge in Batch-Mode Bioreactors (Effect of Inoculum-Substrate Ratio and Total Solids), *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 107(February): 288–96.
- Lauterböck, B., Ortner, M., Haider, R. and Fuchs, W., 2012, Counteracting Ammonia Inhibition in Anaerobic Digestion by Removal with a Hollow Fiber Membrane Contactor, *Water Research* 46(15): 4861–69.

- Lauwers, A.M., Heinen, W., Gorris, L.G.M. and Drift, C. van der, 1989, Variation of parameters affecting the start-up of methanogenic fluidized bed reactors. *Biotechnol. Lett.* 11, 907– 912. doi:10.1007/BF01026851.
- Levasseur, P., 2017, Gestion et Traitement Des Digestats Issus de Methanisation 11, chambre d'agriculture Bretagne (Projet Meterri).
- Li, Y., Zhang, R., He, Y., Zhang, C., Liu, X., Chen, C., Liu, G., 2014, Anaerobic Co-Digestion of Chicken Manure and Corn Stover in Batch and Continuously Stirred Tank Reactor (CSTR), *Bioresource Technology*, 156: 342–47. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2014.01.054>.
- Li, Y., Chen, Y. and Wu, J., 2019, Enhancement of Methane Production in Anaerobic Digestion Process: A Review, *Applied Energy* 240: 120–37. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0306261919302715>.
- Liotta, F., d'Antonio, G., Esposito, G., Fabbricino, M., van Hullebusch, E.D., Lens, P.N., Pirozzi, F. and Pontoni, L., 2014, Effect of total solids content on methane and volatile fatty acid production in anaerobic digestion of food waste, *Waste Manag. Res.* 32(10):947-53. doi: 10.1177/0734242X14550740.
- Liu, G., Zhang, R., El-Mashad, H.M. and Dong, R., 2009, Effect of Feed to Inoculum Ratios on Biogas Yields of Food and Green Wastes, *Bioresource Technology* 100(21): 5103–8. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2009.03.081>.
- Liu, X., Lendormi, T. and Lanoisellé, J-L., 2018a, A Review of Hygienization Technology of Biowastes for Anaerobic Digestion: Effect on Pathogen Inactivation and Methane Production, *Chemical Engineering Transactions* 70: 529–34. <http://www.cetjournal.it/index.php/cet/article/view/CET1870089/505>.
- Liu, X., Souli, I., Chamaa, M-A., Lendormi, T., Sabourin, C., Lemée, Y., Boy, V., Chaira, N., Ferchichi, A., Morançais, P. and Lanoisellé, J-L., 2018b, Effect of Thermal Pretreatment at 70 °C for One Hour (EU Hygienization Conditions) of Various Organic Wastes on Methane Production under Mesophilic Anaerobic Digestion, *AIMS Environmental Science* 5(2): 117–29. <http://www.aimspress.com/article/10.3934/environsci.2018.2.117>.
- Liu, X.Y., Wang, J.J., Nie, J.M., Wu, N., Yang, F. and Yang R.J., 2018c, Biogas Production of Chicken Manure by Two-Stage Fermentation Process, *E3S Web of Conferences* 38, 01048: 5–8.
- Liu, X., André, L., Mercier-Huat, M., Grosmaître, J.-M., Paus, A.; Ribeiro, T., 2021, Accurate Estimation of Bicarbonate and Acetic Acid Concentrations with Wider Ranges in Anaerobic Media Using Classical FOS/TAC Titration Method. *Appl. Sci.*, 11, 11843. <https://doi.org/10.3390/app112411843>.
- Locoli, G.A., Zabaloy, M.A., Pasdevicelli, G. and Gómez, M.A., 2019, Use of biogas digestates obtained by anaerobic digestion and co-digestion as fertilizers: Characterization, soil biological activity and growth dynamic of *Lactuca sativa* L., *Science of the Total Environment*, 647: 11-19.

- Lohani, S.P., Shakya, S., Gurung, P., Dhungana, B., Paudel, D. and Mainali, B., 2021, Anaerobic Co-Digestion of Food Waste, Poultry Litter and Sewage Sludge: Seasonal Performance under Ambient Condition and Model Evaluation, *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects* 00(00): 1–16. <https://doi.org/10.1080/15567036.2021.1887976>.
- Luste, S., Luostarinen, S. and Sillanpää, M., 2009, Effect of Pre-Treatments on Hydrolysis and Methane Production Potentials of by-Products from Meat-Processing Industry, *Journal of Hazardous Materials*, 164(1): 247–55. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304389408011953>.
- Luste, S., and Luostarinen, S., 2010, Anaerobic Co-Digestion of Meat-Processing by-Products and Sewage Sludge – Effect of Hygienization and Organic Loading Rate, *Bioresource Technology* 101(8): 2657–64. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852409014473>.
- Lv, Z., Leite, A.F., Harms, H., Glaser, K., Liebetrau, J., Kleinstauber, S. and Nikolausz, M., 2019, Microbial community shifts in biogas reactors upon complete or partial ammonia inhibition, *Appl. Microbiol. Biotechnol. Jan*;103(1):519-533. doi: 10.1007/s00253-018-9444-0.
- Ma, J., Duong, TH., Smits, M., Verstraete, W., Carballa, M., 2011, Enhanced biomethanation of kitchen waste by different pre-treatments. *Bioresour Technol. Jan*;102(2):592-9. doi: 10.1016/j.biortech.2010.07.122. Epub 2010 Aug 11. PMID: 20813520.
- Mahdy, A., Bi, S., Song, Y., Qiao, W. and Dong, R., 2020, Overcome Inhibition of Anaerobic Digestion of Chicken Manure under Ammonia-Stressed Condition by Lowering the Organic Loading Rate, *Bioresource Technology Reports*. 9 (December 2019): 100359. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2019.100359>.
- Mao, C., Feng, Y., Wang, X., Ren, G., 2015, Review on research achievements of biogas from anaerobic digestion. *Renewable Sustainable Energy Rev. May* 1;45:540-55.
- Marchioro, V., Steinmetz, R.L.R., do Amaral, A.C., Gaspareto, T.C., Treichel, H. and Kunz, A., 2018, Poultry Litter Solid State Anaerobic Digestion: Effect of Digestate Recirculation Intervals and Substrate/Inoculum Ratios on Process Efficiency, *Frontiers in Sustainable Food Systems* 2(August): 1–10.
- Meegoda, J.N., Li, B., Patel, K. and Wang, L.B., 2018, A Review of the Processes, Parameters, and Optimization of Anaerobic Digestion, *International Journal of Environmental Research and Public Health* 15(10): 2224. <https://www.mdpi.com/1660-4601/15/10/2224>.
- Meng, X., Yu, D., Wei, Y., Zhang, Y., Zhang, Q., Wang, Z., Liu, J. and Wang, Y., 2018, Endogenous Ternary PH Buffer System with Ammonia-Carbonates-VFAs in High Solid Anaerobic Digestion of Swine Manure: An Alternative for Alleviating Ammonia Inhibition? *Process Biochemistry* 69(March): 144–52. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2018.03.015>.

- Mertens, D.R., 2002, Gravimetric determination of amylase-treated neutral detergent fiber in feeds with refluxing in beakers or crucibles: collaborative study, *J. AOAC Int.* 85, 1217– 1240.
- Mézes, L., Tamas, J. and Borbely, J., 2011, Novel Approach of the Basis of FOS / TAC Method, *International Symposia” Risk Factors for Environment and Food Safety” &” Natural Resources and Sustainable Development” & ”50 Years of Agriculture Recherche in Oradea, Faculty of Environmental Protection (November):* 803–7.
- Mikhael, M. and Saadeh, L., 2015, Solid Waste Management in Lebanon, National Environment Agency: 62–65. [http://www.waste-management-world.com/articles/print/volume-8/issue-1/features/integrated-thinking-solid-waste-management-in-singapore.html%5Cnhttp://cgs.sg/wp-content/uploads/2013/11/Wkshop1d\\_NEA\\_Recycling.pdf](http://www.waste-management-world.com/articles/print/volume-8/issue-1/features/integrated-thinking-solid-waste-management-in-singapore.html%5Cnhttp://cgs.sg/wp-content/uploads/2013/11/Wkshop1d_NEA_Recycling.pdf).
- Mirmohamadsadeghi, S., Karimi, K., Tabatabaei, M. and Aghbashlo, M., 2019, Biogas Production from Food Wastes: A Review on Recent Developments and Future Perspectives, *Bioresource Technology Reports* 7(April): 100202. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2019.100202>.
- Mirmohamadsadeghi, S., Keikhosro, K., Reza, A., Laleh, P.Y., Irini, A., Abdul-Sattar, N., Rajeev, B., Kavya, D., Virendra Kumar, V. and Mortaza, A., 2021, Pretreatment of lignocelluloses for enhanced biogas production: A review on influencing mechanisms and the importance of microbial diversity. *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 135, 110173
- Moiceanu, G., Paraschiv, G., Voicu, G., Dinca, M., Negoita, O., Chitoiu, M. and Tudor, P., 2019, Energy Consumption at Size Reduction of Lignocellulose Biomass for Bioenergy, *Sustainability*, 11, 2477.
- Molaey, R., Bayrakdar, A., Sürmeli, R.Ö. and Çalli, B., 2018, Anaerobic Digestion of Chicken Manure: Mitigating Process Inhibition at High Ammonia Concentrations by Selenium Supplementation, *Biomass and Bioenergy* 108(October 2017): 439–46.
- Moletta, R., 2002, *Technologies Du Traitement Des Effluents Par Méthanisation*, Moletta-Methanisation.Fr (rédaction): 1–20. [http://moletta-methanisation.fr/textes/technologies\\_de\\_la\\_methanisation\\_des\\_effluents.pdf](http://moletta-methanisation.fr/textes/technologies_de_la_methanisation_des_effluents.pdf).
- Moletta, R., 2015. *La méthanisation (3<sup>e</sup> Éd.)*. Editions Tec&Doc, Lavoisier, Paris, France, 513 p.
- Montgomery, L.F.R. and Bochmann, G., 2014, Pretreatment of Feedstock for Enhanced Biogas Production, *IEA Bioenergy*.
- Mottet, A., François, E., Latrille, E., Steyer, J.P., Déléris, S., Vedrenne, F. and Carrère, H., 2010, Estimating anaerobic biodegradability indicators for waste activated sludge, *Chem. Eng. J.* 160, 488–496. doi: 10.1016/j.cej.2010.03.059
- Mouftahi, M., Tlili, N., Hidouri, N., Bartocci, P., Alrawashdeh, KAb, Gul, E., Liberti, F. and Fantozzi, F., 2021, Biomethanation Potential (BMP) Study of Mesophilic Anaerobic Co-Digestion of

- Abundant Bio-Wastes in Southern Regions of Tunisia, Processes. 9(1):48. <https://doi.org/10.3390/pr9010048>.
- Moukazis, I., Pellerá, F.-M. and Gidarakos, E., 2018, Slaughterhouse By-Products Treatment Using Anaerobic Digestion, Waste Management 71: 652–62. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X17305019>.
- Murto, M., Björnsson, L. and Mattiasson, B., 2004, Impact of food industrial waste on anaerobic co-digestion of sewage sludge and pig manure, J. Environ. Manage. 70, 101–107. doi: 10.1016/j.jenvman.2003.11.001
- Nasir, I.M., Ghazi, T.I.M. and Omar, R., 2012, Anaerobic Digestion Technology in Livestock Manure Treatment for Biogas Production: A Review, Engineering in Life Sciences 12(3): 258–69.
- Neves, L., Oliveira, R. and Alves, M.M., 2004, Influence of inoculum activity on the biomethanization of a kitchen waste under different waste/inoculum ratios, Process Biochem. 39, 2019–2024. doi: 10.1016/j.procbio.2003.10.002.
- Niu, Q., Qiao, W., Qiang, H., Hojo, T., Li, Y.-Y., 2013, Mesophilic Methane Fermentation of Chicken Manure at a Wide Range of Ammonia Concentration: Stability, Inhibition and Recovery, Bioresource Technology, 137: 358–67. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2013.03.080>.
- Ofoefule, A.U., Nwankwo, J.I. and Ibeto, C.N., 2010, Biogas Production from Paper Waste and Its Blend with Cow Dung Biogas Production from Paper Waste and Its Blend with Cow Dung, (May).
- Orlando, M.Q. and Borja, V.M., 2020, Pretreatment of Animal Manure Biomass to Improve Biogas Production: A Review, Energies, 13, 3573.
- Orofino, G., 2015, Le potentiel de production de biogaz et de méthane des substrats fermentescibles d'origine agricole en France. 10.13140/RG.2.1.4406.6728.
- Oyedeji, O., Gitman, P., Qu, J. and Webb, E., 2020, Understanding the Impact of Lignocellulosic Biomass Variability on the Size Reduction Process: A Review, ACS Sustain. Chem. Eng., 8, 2327–2343.
- Palatsi, J., Illa, J., Prenafeta-Boldu, F.X., Laureni, M., Fernandez, B., Angelidaki, I. and Flotats X., 2010, Long-chain fatty acids inhibition and adaptation process in anaerobic thermophilic digestion: batch tests, microbial community structure and mathematical modeling, Bioresour. Technol. 101 (7), pp. 2243-2251. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2009.11.069>.
- Palmowski, L. M. and Müller, J. A., 2000, Influence of the Size Reduction of Organic Waste on Their Anaerobic Digestion, Water Science and Technology 41(3): 155–62.
- Parameswaran, P. and Rittmann, B.E., 2012, Feasibility of Anaerobic Co-Digestion of Pig Waste and Paper Sludge, Bioresource Technology 124: 163–68. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2012.07.116>.

- Paranhos, A.G.d.O., Adarme, O.F.H., Barreto, G.F., Silva, S.d.Q. and de Aquino, S.F., 2020, Methane Production by Co-Digestion of Poultry Manure and Lignocellulosic Biomass: Kinetic and Energy Assessment, *Bioresource Technology* 300(December 2019): 122588. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.122588>.
- Parkin, G.F. and Owen, W.F., 1986, Fundamentals of Anaerobic Digestion of Wastewater Sludges, *Journal of Environmental Engineering* 112(5): 867–920.
- Pasquier, S., 2020, Recyclage Agricole Des Refus de Degrillage de La Station d'épuration - Etude de Périmètre d'Épandage, Dekra industrial SAS référence.
- Pechan, Z., Knappová, O., Petrovičová, B. and Adamec, O., 1987, Anaerobic Digestion of Poultry Manure at High Ammonium Nitrogen Concentrations, *Biological Wastes* 20(2): 117–31.
- Pereira, M. A., Sousa, D.Z., Mota, M. and Alves, M.M., 2004, Mineralization of LCFA Associated with Anaerobic Sludge: Kinetics, Enhancement of Methanogenic Activity, and Effect of VFA, *Biotechnology and Bioengineering* 88(4): 502–11.
- Pereira, E.L., Campos, C.M.M. and Motteran, F., 2013, Physicochemical Study of PH, Alkalinity and Total Acidity in a System Composed of Anaerobic Baffled Reactor (ABR) in Series with Upflow Anaerobic Sludge Blanket Reactor (UASB) in the Treatment of Pig Farming Wastewater, *Acta Scientiarum - Technology* 35(3): 477–83.
- Pham Van, D., Takeshi, F., Hoang Minh, G. and Pham Phu, S. T., 2020, Comparison Between Single and Two-Stage Anaerobic Digestion of Vegetable Waste: Kinetics of Methanogenesis and Carbon Flow. *Waste and Biomass Valorization*, 11(11), 6095-6103. <https://doi.org/10.1007/s12649-019-00861-0>.
- Piveteau, J. and Serres, M., 2017, Le Stockage Des Effluents d'Élevage Dépôt Au Champ de Fumier, *Chambre d'agriculture des Deux-Sèvres*.
- Puñal, A., Trevisan, M., Rozzi, A. and Lema, J.M., 2000, Influence of C:N ratio on the start-up of up-flow anaerobic filter reactors. *Water Res.* 34, 2614–2619. doi:10.1016/S0043-1354(00)00161-5.
- Purwono, R.A., Hibbaan, M. and Budihardjo, M.A., 2017, Ammonia-Nitrogen (NH<sub>3</sub>-N) and Ammonium-Nitrogen (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N) Equilibrium on the Process of Removing Nitrogen by Using Tubular Plastic Media, *Journal of Materials and Environmental Sciences*, 8(S): 4915–22.
- Rahman, Md.A., Møller, H.B., Saha, C.K., Alam, Md.M., Wahid, R. and Feng, L., 2018, Anaerobic Co-Digestion of Poultry Droppings and Briquetted Wheat Straw at Mesophilic and Thermophilic Conditions: Influence of Alkali Pretreatment, *Renewable Energy* 128: 241–49. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.05.076>.

- Rajagopal, R, Massé, D.I. and Singh, G., 2013, A Critical Review on Inhibition of Anaerobic Digestion Process by Excess Ammonia, *Bioresource Technology* 143: 632–41. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2013.06.030>.
- Rajeshwari, K.V., Balakrishnan, M., Kansal, A., Lata, K. and Kishore, V.V.N., 2000, State-of-the-art of anaerobic digestion technology for industrial wastewater treatment. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 4, 135–156. doi:10.1016/S1364-0321(99)00014-3.
- Rajput AA, Sheikh Z, 2019, Effect of inoculum type and organic loading on biogas production of sunflower meal and wheat straw. *sustain. Environ. Res.*, 29:4. doi:10.1186/s42834-019-0003-x.
- Rao, V. and Baral, S., 2011, Experimental design of mixture for the anaerobic co-digestion of sewage sludge. *Chemical Engineering Journal* 172, 977–986.
- Raposo, F., Fernández-Cegrí, V., De la Rubia, M.A., Borja, R., Béline, F., Cavinato, C., Demirer, G., Fernández, B., Fernández-Polanco, M. and Frigon, J.C., 2011, Biochemical Methane Potential (BMP) of Solid Organic Substrates: Evaluation of Anaerobic Biodegradability Using Data from an International Interlaboratory Study, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* 86(8): 1088–98. <https://pdfs.semanticscholar.org/84a3/3b4db2aa799d5f6264113ba7034cdaae9c84.pdf>.
- Raposo, F., De La Rubia, M. A., Fernández-Cegrí, V. and Borja, R., 2012, Anaerobic Digestion of Solid Organic Substrates in Batch Mode: An Overview Relating to Methane Yields and Experimental Procedures, *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 16(1): 861–77. <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2011.09.008>.
- Riaño, B., Molinuevo, B. and García-González, M. C., 2011, Potential for Methane Production from Anaerobic Co-Digestion of Swine Manure with Winery Wastewater, *Bioresource Technology* 102(5): 4131–36.
- Ribeiro, E.M., Mambeli Barros, R., Tiago Filho, G.L., dos Santos, I.F.S., Sampaio, L.C., dos Santos, T.V., da Silva, F.D., Silva, A.P.M. and de Freitas, J.V.R., 2018, Feasibility of Biogas and Energy Generation from Poultry Manure in Brazil, *Waste Management and Research* 36(3): 221–35.
- Richards, D. and Yabar, H., 2022, Potential of Renewable Energy in Jamaica's Power Sector: Feasibility Analysis of Biogas Production for Electricity Generation, *Sustainability*, 14, 6457. <https://doi.org/10.3390/su14116457>.
- Rizkallah, M. and Sabbagh, B., 2014, Country Report on the Solid Waste Management in Lebanon, SWEEP-Net (April): Report, Country The, O N Waste, Solid In, Manageme.
- Rodríguez-Abalde, A., Fernández, B., Silvestre, G. and Flotats, X., 2011, Effects of Thermal Pre-Treatments on Solid Slaughterhouse Waste Methane Potential, *Waste Management* 31(7): 1488–93. <file://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956053X1100081X>.

- Rodriguez-Verde, I., Regueiro, L., Lema, J.M. and Carballa, M., 2018, Blending Based Optimisation and Pretreatment Strategies to Enhance Anaerobic Digestion of Poultry Manure, *Waste Management* 71: 521–31. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2017.11.002>.
- Roubík, H., Mazancová, J., Le Dinh, P., Dinh Van, D. and Banout, J., 2018, Biogas Quality across Small-Scale Biogas Plants: A Case of Central Vietnam, *Energies*: 1–12.
- Ruffino, B., Fiore, S., Roati, C., Campo, G., Novarino, D. and Zanetti, M., 2015, Scale effect of anaerobic digestion tests in fed-batch and semi-continuous mode for the technical and economic feasibility of a full-scale digester. *Bioresour. Technol.* 182, 302–313. doi: 10.1016/j.biortech.2015.02.021
- Ruiz-Espinoza, J.E., Méndez-Contreras, J.M., Alvarado-Lassman, A. and Martínez-Delgadillo, S.A., 2012, Effect of Low Temperature Thermal Pre-Treatment on the Solubilization of Organic Matter, Pathogen Inactivation and Mesophilic Anaerobic Digestion of Poultry Sludge, *Journal of Environmental Science and Health - Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering* 47(12): 1795–1802.
- Sadaka, S.S. and Engler, C.R., 2003, Effects of Initial Total Solids on Composting of Raw Manure with Biogas Recovery, *Compost Science and Utilization* 11(4): 361–69.
- Salminen, E. and Rintala, J., 2002a, Anaerobic Digestion of Organic Solid Poultry Slaughterhouse Waste – a Review, *Bioresource Technology* 83(1): 13–26. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852401001997>.
- Salminen, E.A. and Rintala J.A., 2002b, Semi-Continuous Anaerobic Digestion of Solid Poultry Slaughterhouse Waste: Effect of Hydraulic Retention Time and Loading, *Water Research* 36(13): 3175–82.
- Saratale, G.D., Saratale, R.G., Rajesh Banu, J. and Chang, J-S., 2019, Biohydrogen Production from Renewable Biomass Resources. *Biomass, Biofuels, Biochemicals: Biohydrogen*, Second Edition. Elsevier, p. 247-277. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-444-64203-5.00010-1>.
- Sawyer, N., Trois, C., Workneh, T. and Okudoh, V., 2019, International Journal of Energy Economics and Policy an Overview of Biogas Production: Fundamentals, Applications and Future Research, *International Journal of Energy Economics and Policy* | 9(2): 105–16. <http://www.econjournals.com>, DOI: <https://doi.org/10.32479/ijeep.7375>.
- Spence, A., Blanco Madrigal, E., Patil, R. and Bajón Fernández, Y., 2019, Evaluation of Anaerobic Digestibility of Energy Crops and Agricultural By- Products, *Bioresource Technology Reports* 5(November 2018): 243–50. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2018.11.004>.
- Tambone, F., Genevini, P., D'Imporzano, G. and Adani, F., 2009, Assessing Amendment Properties of Digestate by Studying the Organic Matter Composition and the Degree of Biological Stability during the Anaerobic Digestion of the Organic Fraction of MSW, *Bioresource Technology* 100(12): 3140–42. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852409001242>.

- Tian, H., Fotidis, I.A., Mancini, E. and Angelidaki, I., 2017, Different Cultivation Methods to Acclimatise Ammonia-Tolerant Methanogenic Consortia, *Bioresource Technology* 232: 1–9. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2017.02.034>.
- Tomei, M.C., Mosca Angelucci, D. and Levantesi, C., 2016, Two-stage anaerobic and post-aerobic mesophilic digestion of sewage sludge: Analysis of process performance and hygienization potential. *Sci. Total Environ.* 545–546, 453–464. doi: 10.1016/j.scitotenv.2015.12.053
- Trambouze, Pierre, 1993, Réacteurs Chimiques - Technologie Réacteurs Chimiques, 33(0).
- Union Européenne, Règlement (UE) No 142/2011 de la Commission du 25 février 2011 portant application du règlement (CE) n o 1069/2009 du parlement européen et du conseil établissant des règles sanitaires applicables aux sous-produits animaux et produits dérivés non destinés à la consommation humaine et portant application de la Directive 97/78/CE du Conseil en ce qui concerne certains échantillons et articles exemptés des contrôles vétérinaires effectués aux frontières en vertu de cette directive, *Journal Officiel de l'Union Européenne*. 54 (2011).
- Usack, J.G., Spirito, C.M. and Angenent, L.T., 2012, Continuously-Stirred Anaerobic Digester to Convert Organic Wastes into Biogas: System Setup and Basic Operation, *Journal of Visualized Experiments* (65): 1–9.
- Van Soest, P.J.V. and Robertson, J.B., 1985, *Analysis of Forages and Fibrous Foods*. Cornell University Department, C.U.A.S.
- Van Soest, P.J., Robertson, J.B. and Lewis, B.A., 1991, Methods for Dietary Fiber, Neutral Detergent Fiber, and Nonstarch Polysaccharides in Relation to Animal Nutrition. *J. Dairy Sci.* 74, 3583–3597. doi:10.3168/jds.S0022-0302(91)78551-2.
- Vavilin, V.A., Rytov, S.V. and Lokshina, L.Y., 1997, A balance between hydrolysis and methanogenesis during the anaerobic digestion of organic matter. *Microbiology* 66, 712–717.
- Wang, X., Yang, Y., Feng, Y., Ren, G. and Han, X., 2012. Optimizing feeding composition and carbon–nitrogen ratios for improved methane yield during anaerobic co- digestion of dairy, chicken manure and wheat straw. *Bioresource Technology* 120, 78–83.
- Wang, L., Shen, F., Yuan, H., Zou, D., Liu, Y., Zhu, B. and Li, X., 2014, Anaerobic Co-Digestion of Kitchen Waste and Fruit / Vegetable Waste: Lab-Scale and Pilot-Scale Studies, *Waste Management* 34(12): 2627–33. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2014.08.005>.
- Wang, B., Strömberg, S., Li, C., Nges, I.A., Nistor, M., Deng, L. and Liu, J., 2015, Effects of Substrate Concentration on Methane Potential and Degradation Kinetics in Batch Anaerobic Digestion, *Bioresource Technology* 194: 240–46. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2015.07.034>.

- Wang, Q., Liang, Y., Zhao, P., Li, Q.X., Guo, S. and Chen, C., 2016a, Potential and Optimization of Two-Phase Anaerobic Digestion of Oil Refinery Waste Activated Sludge and Microbial Community Study, *Scientific Reports* 6(December): 1–10.
- Wang, H., Zhang, Y. and Angelidaki, I., 2016b, Ammonia Inhibition on Hydrogen Enriched Anaerobic Digestion of Manure under Mesophilic and Thermophilic Conditions, *Water Research* 105: 314–19. <http://dx.doi.org/10.1016/j.watres.2016.09.006>.
- Wang, X., Gabauer, W., Li, Z., Ortner, M. and Fuchs, W., 2018, Improving Exploitation of Chicken Manure via Two-Stage Anaerobic Digestion with an Intermediate Membrane Contactor to Extract Ammonia, *Bioresource Technology* 268(July 2018): 811–14. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.08.027>.
- Ware, A., and Power, N., 2016a, Biogas from Cattle Slaughterhouse Waste: Energy Recovery towards an Energy Self-Sufficient Industry in Ireland, *Renewable Energy* 97: 541–49. <http://dx.doi.org/10.1016/j.renene.2016.05.068>.
- Ware, A., and Power, N., 2016b, What Is the Effect of Mandatory Pasteurisation on the Biogas Transformation of Solid Slaughterhouse Wastes? *Waste Management* 48: 503–12. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2015.10.013>.
- Ware, A., and Power, N., 2017, Modelling Methane Production Kinetics of Complex Poultry Slaughterhouse Wastes Using Sigmoidal Growth Functions, *Renewable Energy* 104: 50–59. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960148116310291>.
- Wedwitschka, H., Ibanez, D.G., Schäfer, F., Jenson, E. and Nelles, M., 2020, Material Characterization and Substrate Suitability Assessment of Chicken Manure for Dry Batch Anaerobic Digestion Processes, *Bioengineering* 7(3): 1–16.
- Weiland, P. and Rozzi, A., 1991, The Start-Up, Operation and Monitoring of High-Rate Anaerobic Treatment Systems: Discusser's Report. *Water Sci. Technol.* 24, 257–277.
- Wiegant, W.M., and Zeeman, G., 1986, The Mechanism of Ammonia Inhibition in the Thermophilic Digestion of Livestock Wastes, *Agricultural Wastes* 16(4): 243–53.
- Yadvika, S., Sreekrishnan, T.R., Kohli, S. and Rana, V., 2004, Enhancement of biogas production from solid substrates using different techniques—a review. *Bioresour. Technol.* 95, 1–10. doi: 10.1016/j.biortech.2004.02.010.
- Yaldiz, O., Sozer, S., Caglayan, N., Ertekin, C. and Kaya, D., 2011, Methane Production from Plant Wastes and Chicken Manure at Different Working Conditions of a One-Stage Anaerobic Digester, *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects* 33(19): 1802–13.
- Yoon, Y.M., Kim, S.H., Oh, S.Y. and Kim, C.H., 2014a, Potential of Anaerobic Digestion for Material Recovery and Energy Production in Waste Biomass from a Poultry Slaughterhouse. *J. Waste Manag.* 34(1): 204–9. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2013.09.020>.

- Yoon, Y.M., Kim, S.H., Shin, K.S. and Kim, C.H., 2014b, Effects of substrate to inoculum ratio on the biochemical methane potential of piggery slaughterhouse wastes. *Asian-australas. J. Anim. Sci.* 27(4), 600–607. <https://doi.org/10.5713/ajas.2013.13537>.
- Zahan, Z., Georgiou, S., Muster, T.H. and Othman, M.Z., 2018, Semi-Continuous Anaerobic Co-Digestion of Chicken Litter with Agricultural and Food Wastes: A Case Study on the Effect of Carbon / Nitrogen Ratio, Substrates Mixing Ratio and Organic Loading, *Bioresource Technology* 270(July): 245–54. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.09.010>.
- Zahller, J.D., Bucher, R.H., Ferguson, J.F. and Stensel, H.D., 2007, Performance and stability of two-stage anaerobic digestion. *Water Environ. Res. Res. Publ. Water Environ. Fed.* 79, 488–497.
- Zhang, Y., and Banks, C. J., 2013, Impact of Different Particle Size Distributions on Anaerobic Digestion of the Organic Fraction of Municipal Solid Waste, *Waste Management* 33(2): 297–307. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2012.09.024>.
- Zhang, W., Lang, Q., Pan, Z., Jiang, Y., Liebetrau, J., Nelles, M., Dong, H. and Dong, R., 2017, Performance Evaluation of a Novel Anaerobic Digestion Operation Process for Treating High-Solids Content Chicken Manure: Effect of Reduction of the Hydraulic Retention Time at a Constant Organic Loading Rate, *Waste Management* 64: 340–47. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2017.03.034>.
- Zhang, L., Zhang, J. and Loh, K-C., 2018, Activated Carbon Enhanced Anaerobic Digestion of Food Waste – Laboratory-Scale and Pilot-Scale Operation, *Waste Management* 75: 270–79. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.02.020>.
- Zhang, C., Wang, F., Pei, M., Qiu, L., Yao, Y. and Qiang, H., 2019, Performance of Anaerobic Digestion of Chicken Manure under Gradually Elevated Organic Loading Rates, *International Journal of Environmental Research and Public Health* 16(12).
- Zhou, Y., Zhang, Z., Nakamoto, T., Li, Y., Yang, Y., Motoo, U. and Sugiura, N., 2011, Influence of substrate-to-inoculum ratio on the batch anaerobic digestion of bean curd refuse-okara under mesophilic conditions. *Biomass Bioenergy*. 35. 3251-3256. [10.1016/j.biombioe.2011.04](https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2011.04).
- Zwietering, M. H., Jongenburger, I., Rombouts, F. M. and Van't Riet, K., 1990, Modeling of the Bacterial Growth Curve, *Applied and Environmental Microbiology* 56(6): 1875–81.