

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE**  
**SCIENTIFIQUE**



**UNIVERSITE SALAH BOUBNIDER, CONSTANTINE 03**  
**FACULTE DE GENIE DES PROCEDES**  
**DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCEDES DE L'ENVIRONNEMENT**

N° d'ordre :.....

Série :.....

## **Mémoire**

**PRESENTE POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE MASTER**  
**EN GENIE DES PROCEDES**  
**OPTION : GENIE DES PROCEDE DE L'ENVIRONNEMENT**

**ETUDE COMPARATIVE DE LA SOLUBILITE ET LA**  
**BIODEGRADABILITE DE TROIS MARGINES D'OLIVES**

**Présenté par :**

**Belmili Zineb**

**Ghetahem Dalal**

**Dirigé par :**

**DrKheiredine Bani**

**Session : Juillet**

**2018-2019**



## Remerciement

Reconnaissance, respect, remerciement Certes, les mots ne pourront témoigner ma gratitude à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

En premier lieu, nous remercions ALLAH le tout puissant de nous avoir accordés santé et courage afin de terminer nos études.

A ce titre, je ne saurai plus manquer d'exprimer ma reconnaissance à Mm BANI KHEIRDINE, chargé de mission. Qui nous a fait l'honneur d'être notre encadrante. Nous la remercions profondément pour son encouragement continue et aussi d'être toujours la pour nous écouter, nous aider et nous guider a retrouver le bon chemin par son assistance ininterrompue, sa sagesse et ses conseils judicieux qui m'ont aidé à mener a bout ce travail.

Nous adressons nos remerciements aux membres du jury qui ont accepté de juger cet humble travail.

J'adresse aussi remerciements à Mr « ZERDAZI RANIA » chef de département de Génie des procédés et à tous les enseignants de la filière

Nos reconnaissances toutes particulières à notre chère

Melle BOUAITA ROKAYA Doctorante à l'école polytechnique de Constantine, pour ces [précieuses aides]

[Nos profonds] remerciements aux ingénieurs de laboratoire de notre faculté, Notamment Mme Sara belahreche

Enfin, on adresse nos sincères sentiments de gratitude et de reconnaissances à toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail

## Dédicaces

*Je prie dieu que cette soutenance sera bien présentée  
Et qu'elle finira par être bien appréciée par l'ensemble des membres présents  
Qui me Donnera force et persévérance dans ce domaine  
Lequel j'espère m'ouvrira les portes vers un meilleur avenir.*

*Je dédie ce mémoire aux êtres les plus chers à mon cœur :  
La meilleure de toute les mères Ghalia et le bon exemple de père Saïd  
Que nulle dédicace ne puisse exprimer mes sincères sentiments, pour leur patience  
illimitée,  
Leur encouragement continu, leur aide, en témoignage de mon profond amour et  
respect pour  
Leurs grands sacrifices. Je souhaite prouver mon grand remerciement qui ne sera  
jamais  
suffisant à eux que j'espère les rendre fières par ce travail.*

*Mes chères soeurs : Zahiya , Asma, Amina, Aziza*

*Mes frères : Nabil, Imad*

*A la femme de mon frère Nabil : Rafika*

*A mes nièces et mes neveux : Wiam ,Bassem, Douaa , Khawla , Ayoub , Hidaïa*

*A ma cousine Wissal et tous mes familles*

*A mes amies : Dalal ,Ikram H ,Ikram D ,Donia zed , Donia A , Bouchra B ,  
Hanane, Nabila , Madiha, Roumaïssa ,Meriem ,.....*

*Pour leur grand amour et leur soutien qu'elles trouvent ici l'expression de ma  
haute  
gratitude.*

**Belmili Zineb**





## *Dédicaces*

*Je dédie ce travail à :*

*Mes parents pour leur, soutien, leur aide, leur patience et surtout leur amour*

*A mes sœurs et mes frères*

*A qui je voudrais exprimer mes affections et mes gratitude*

*Vous, vous êtes ma sources d'inspiration et ma montage d'appui. Et surtout mon deuxième père (frère) RAMZI .Je n'oublie jamais votre aide et ma sœur RAHMA*

*Que dieu vous garde pour moi*

*A mon ami IMEN KADREI et mon camarades ZINEB BLMILI, Donia ABADE et tout la promotion de génie de procédé*

**GHETAHEM DALAL**

## SOMMAIRE

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Résumé

Introduction général.....1

Chapitre I : Synthèse bibliographique margine d'olives .....3

I.1 Généralités sur l'olive .....3

I.1.1 Origine de l'olivier .....3

I.1.2 L'oléiculture en Algérie.....3

I.2 Technologie de fabrication de l'huile d'olive .....4

I.2.1 Opération préliminaires .....4

I.2.2 Broyage .....4

I.2.3 Malaxage .....5

I.2.4 Séparation des phases .....5

I.2.4.1 Séparation des phases liquides solides .....5

I.2.4.2 Séparation des phases liquides –liquides .....5

I.3 Procédés d'extraction d'huiles d'olives .....5

I.3.1 Système discontinu de presse (ou classique) .....5

I.3.2 Procédé continu à trois phases .....6

<b>I.4 Les margines</b> .....	<b>6</b>
<b>I.4.1 Définition de margine</b> .....	<b>6</b>
<b>I.4.2 Composition chimique des margines</b> .....	<b>6</b>
<b>I.4.2.1 Fraction minérale</b> .....	<b>6</b>
<b>I.4.2.2 Fraction organique</b> .....	<b>7</b>
<b>I.4.2.3 Composés phénoliques</b> .....	<b>7</b>
<b>I.5 Caractéristique microbiologique</b> .....	<b>8</b>
<b>I.6 Impact de margine sur l'environnement</b> .....	<b>8</b>
<b>I.6.1 Pollution des eaux</b> .....	<b>9</b>
<b>I.6.2 Pollution de l'air</b> .....	<b>9</b>
<b>I.6.3 Pollution des sols</b> .....	<b>9</b>
<b>I.7 Valorisation des margines</b> .....	<b>10</b>
<b>I.7.1 Production de biogaz</b> .....	<b>10</b>
<b>I.7.2 Utilisation en alimentation animal</b> .....	<b>10</b>
<b>Chapitre II : Digestion anaérobie</b> .....	<b>11</b>
<b>II.1 Historique de la digestion anaérobie</b> .....	<b>11</b>
<b>II.2 Principe de la digestion anaérobie</b> .....	<b>11</b>
<b>II.3 Les étapes de la digestion anaérobie</b> .....	<b>12</b>
<b>II.3.1 L'hydrolyse</b> .....	<b>13</b>
<b>II.3.2 L'acidogène</b> .....	<b>13</b>

<b>II.3.3 L'acétogenèse .....</b>	<b>13</b>
<b>II.3.4 La méthanogène.....</b>	<b>13</b>
<b>II.4 Paramètres physico-chimique influençant la digestion anaérobie .....</b>	<b>13</b>
<b>II.4.1 Température .....</b>	<b>13</b>
<b>II.4.2 pH .....</b>	<b>14</b>
<b>II.4.3 Agitation .....</b>	<b>15</b>
<b>II.4.4 Les inhibiteurs .....</b>	<b>15</b>
<b>II.4.5 Le potentiel redox .....</b>	<b>15</b>
<b>II.4.6 Alcalinité .....</b>	<b>15</b>
<b>II.4.7 Nutriment .....</b>	<b>15</b>
<b>II.4.8 La matière organique MO .....</b>	<b>16</b>
<b>II.4.9 Les métaux lourds .....</b>	<b>16</b>
<b>II.4.10 L'inoculum .....</b>	<b>16</b>
<b>II.4.11 Oxygène moléculaire et teneur en eau .....</b>	<b>17</b>
<b>II.4.12 Concentration de matière organique dans les substrats .....</b>	<b>17</b>
<b>II.5 Avantages et inconvénients de la digestion anaérobie .....</b>	<b>17</b>
<b>II.6 Produits de la méthanisation .....</b>	<b>18</b>
<b>II.6.1 Biogaz .....</b>	<b>18</b>
<b>II.6.2 Composition et valorisation du biogaz .....</b>	<b>18</b>
<b>II.6.2.1 Composition du biogaz .....</b>	<b>18</b>
<b>II.6.2.2 Valorisation énergétique du biogaz .....</b>	<b>18</b>
<b>II.7 les différents types de réacteur anaérobie .....</b>	<b>19</b>



<b>Chapitre III : Matériels et méthodes.....</b>	<b>21</b>
<b>III.1 Introduction .....</b>	<b>21</b>
<b>III.2 Protocole de mesure de la biodégradation anaérobie .....</b>	<b>21</b>
<b>III.2.1 L'origine des boues utilisées.....</b>	<b>21</b>
<b>III.2.2 L'origine du substrat .....</b>	<b>21</b>
<b>III .2 .3 Préparation du substrat ( margines d'olive).....</b>	<b>21</b>
<b>III.2.4 Caractéristiques du substrat et de la boue .....</b>	<b>23</b>
<b>III.2.5 Description du digesteur .....</b>	<b>23</b>
<b>III .2.6 Description du dispositif de mesure biogaz .....</b>	<b>24</b>
<b>III.2.7 Composition de la solution nutritive .....</b>	<b>25</b>
<b>III.3 Méthodes et analyses.....</b>	<b>26</b>
<b>III.3.1 Dosage des matières sèches(TS) et des matières volatiles (TVS).....</b>	<b>26</b>
<b>III.3.2 Matières en suspension MES.....</b>	<b>27</b>
<b>III.3.3 Dosage du TA et TAC.....</b>	<b>27</b>
<b>III.3 .4 Détermination de la demande chimique en oxygène .....</b>	<b>28</b>
<b>III.3.5 Détermination de la composition du biogaz.....</b>	<b>31</b>
<b>Chapitre IV : Résultats et discussions.....</b>	<b>32</b>
<b>IV.1 Introduction .....</b>	<b>32</b>
<b>IV.2 Méthodologie.....</b>	<b>32</b>
<b>IV.3 Etude comparative de solubilisation des trois margine avant incubation .....</b>	<b>32</b>

<b>IV.3.1 Evolution du pH.....</b>	<b>33</b>
<b>IV.3.2 Alcalinité TA et TAC.....</b>	<b>34</b>
<b>IV.3.3 La solubilisation des trois margines en terme du rapport MES/MS etMVS/MES.....</b>	<b>34</b>
<b>IV.3.4 La solubilisation de la marge en terme de DCO.....</b>	<b>35</b>
<b>IV.3.5 Conclusion de la solubilisation.....</b>	<b>37</b>
<b>IV.4 Résultat de la phase gazeuse « production du biogaz et du méthane » .....</b>	<b>37</b>
<b>IV.4.1 Phase mésophile.....</b>	<b>37</b>
<b>IV.4.1.1 Variation du volume spécifique cumulé total du biogaz et du méthane produit.....</b>	<b>37</b>
<b>IV.4.1.2 Variation du volume cumulé en CH<sub>4</sub>.....</b>	<b>39</b>
<b>IV.4.2 Conclusion de la biodégradabilité.....</b>	<b>40</b>
<b>IV.4.3 Résultat de la phase liquide après incubation .....</b>	<b>40</b>
<b>IV.4.3.1 PH et Alcalinité.....</b>	<b>42</b>
<b>IV.4.3.2 Le rendement d'élimination de TS et de TVS .....</b>	<b>42</b>
<b>IV.4.3.3 Rendement d'élimination de la DCO soluble et de la DCO totale .....</b>	<b>43</b>
<b>IV.5 Phase thermophile.....</b>	<b>43</b>
<b>IV.5.1 Variation du volume spécifique cumulé du biogaz et du méthane produit.....</b>	<b>43</b>
<b>IV.5.1.1 Variation du volume cumulé en CH<sub>4</sub>.....</b>	<b>45</b>
<b>IV.5.2 Conclusion de la biodégradabilité .....</b>	<b>46</b>
<b>IV.5.3 Résultat de la phase liquide après incubation.....</b>	<b>46</b>
<b>IV.5.3.1 PH et alcalinité se thermophile .....</b>	<b>48</b>

<b>IV.5.3.2 Le rendement d'élimination de TS et TVS.....</b>	<b>48</b>
<b>IV.5.3.3 Rendement d'élimination de la DCO soluble et de la DCO totale .....</b>	<b>48</b>
<b>Conclusion .....</b>	<b>49</b>
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>50</b>
<b>Perspectives.....</b>	<b>51</b>

## Liste des figures

<b>Figure I.1</b> : Répartition des zones géographiques de l'oléiculture algérienne.....	4
<b>Figure I.2</b> : Structure de noyau phénol .....	8
<b>Figure II.1</b> : Schémamétaboliques de la digestion anaérobie.....	12
<b>Figure II.2</b> : Les différents types de réacteur anaérobie.....	20
<b>Figure III.1</b> : Margined'olives après broyage .....	22
<b>Figure III.2</b> : Un broyeur traditionnel.....	22
<b>Figure III.3</b> : Réacteur batch utilisé (125ml) .....	24
<b>Figure III.4</b> : Réacteur batch utilisé (250ml ).....	24
<b>Figure III.5</b> : Dispositif permettant la mesure du biogaz et du CH <sub>4</sub> .....	25
<b>Figure III.6</b> : Les différentes étapes pour détermination des MES.....	27
<b>Figure III.7</b> : Appareillage de mesure de TA et TAC.....	28
<b>Figure III.8</b> : Courbe d'étanolage de la DCO.....	29
<b>Figure III.9</b> L'appareil qui mesure la DCO.....	30
<b>Figure III.10</b> : La spectrophotomètre.....	30
<b>Figure III.11</b> : Bouteille pour la mesure la composition.....	31
<b>Figure IV.1</b> : Evaluation du PH des trois margines.....	33
<b>Figure IV.2</b> : Evaluation de rapport de MES/MS (%) et MVS/MES (%).....	35
<b>Figure IV.3</b> : Evolution de la DCO Totale en fonction de trois margines.....	36
<b>Figure IV.4</b> : Evolution de la DCO soluble en fonction de trois margine.....	36
<b>Figure IV.5</b> : Evolution du ration DCOs/DCOt pour les trois margines.....	36
<b>Figure IV.6</b> : Production de biogaz par le mélange ( marge +boue).....	37
<b>Figure IV.7</b> : Production de biogaz net par les trois margine .....	38
<b>Figure IV.8</b> : Volume cumulé en spécifique en Méthane.....	39
<b>Figure IV.9</b> : Composition en Méthane.....	40
<b>Figure IV.10</b> : Variation du rendement d'élimination TS.....	42
<b>Figure IV.11</b> : Variation du rendement d'élimination TVS.....	42
<b>Figure IV.12</b> : Rendement d'élimination la DCO totale.....	43
<b>Figure IV.13</b> :Rendement d'élimination la DCO soluble.....	43
<b>Figure IV.14</b> : Production de biogaz du mélange (margines +inoculum ).....	44
<b>Figure IV.15</b> : Production de biogaz net des trois margine.....	44
<b>Figure IV.16</b> : Volume spécifique cumulé du Méthane.....	45

## *Liste des figures*

---

<b>Figure IV.17 :</b> Composition en Méthane et en CO.....	<b>46</b>
<b>Figure IV.18 :</b> La variation du rendement TS.....	<b>48</b>
<b>Figure IV.19:</b> La variation du rendement TVS.....	<b>48</b>
<b>Figure IV.20:</b> Rendement élimination de la DCO totale.....	<b>49</b>
<b>Figure IV.21 :</b> Rendement élimination de la DCO soluble.....	<b>49</b>



**Liste des tableaux :**

**Tableau I.1 :** Composition minérale des margines.....7

**Tableau III.1 :** Caractéristique du substrat et de la boue utilisée.....23

**Tableau III.2 :** Composition de la solution en nutriments et éléments traces.....25

**Tableau IV.1 :** Caractéristiques physico-chimique des trois margines .....33

**Tableau IV.2 :** Evolution du TA et TAC .....34

**Tableau IV.3 :** Evolution de MES, MVS, MES/ MS et MVS /MES.....34

**Tableau IV.4 :** Evolution du **DCO** soluble et **DCO** totale.....35

**Tableau IV.5 :** Caractéristique de la phase en liquide après incubation  
en phase mésophile.....41

**Tableau IV.6 :** Caractéristique de la phase en liquide après incubation  
en phase thermophile.....47

## **LISTE DES ABREVIATIONS**

**AGV** : concentration des acides gras volatils (mg DCO/L)

**DCO** : demande chimique en oxygène (mg DCO/L)

**DCOt** : demande chimique en oxygène total (mg DCO/L)

**DCOs**: demande chimique en oxygène soluble (mg DCO/L)

**STEP** : station d'épuration des eaux usées

**RATIO (%)** : DCOs/DCOt

**TS** : solides totaux (g/L)

**TVS** : solides volatils (g /L)

**TA** : alcalinité totale (mg CaCO<sub>3</sub>/L)

**TAC** : alcalinité complet (mg CaCO<sub>3</sub> /L)

**MS** : matière solide (g /L)

**TA pH=6** : alcalinité totale à pH 6 (mgCaCO<sub>3</sub> /L)

**TA pH=4** : alcalinité totale à pH 4 (mgCaCO<sub>3</sub> /L)

**MES** : matière en suspension

**MVS** : matière volatile en suspension

# Introduction générale

## **Introduction générale**

L'Algérie est parmi les pays méditerranéens producteurs d'huile d'olive. Cette industrie bénéfique pour l'économie nationale engendre deux résidus : l'un solide : les grignons et l'autre liquide : les margines ces derniers sont rejetées directement dans les égouts. Engendrant ainsi une concentration très élevée en matière organique sous forme de composés phénoliques qui sont responsables de la toxicité et de la coloration brune rougeâtre à noire des margines.

De ce fait, le rejet de ces effluents dans les rivières et les égouts sans aucun traitement préalable présente un impact négatif sur l'environnement dû à leur pouvoir d'inhiber le développement des plantes et de certains microorganismes. Leur phytotoxicité est principalement attribuée à la présence des lipides et des poly phénols[1] .

Ainsi la digestion anaérobique est l'une des principaux traitements biologiques permettant de réduire le contenu des margines en matières organiques, en substances toxiques, et de générer, en même temps, de l'énergie sous forme de biogaz, utilisée pour la production de l'électricité et de la chaleur.

L'étude de la solubilité et de la biodégradabilité des effluents de margines en présence des boues de stations d'épuration ainsi que l'estimation de quantité du biogaz produit lors du déroulement du processus ont été l'objectif de ce travail.

Le mémoire est organisé en quatre chapitres, en plus d'une introduction et une conclusion générale,

**Le premier chapitre :** présentent une étude bibliographique de la margine d'olives sa composition physico-chimiques, ces caractéristiques ainsi que et son impact sur l'environnement.

**Le second chapitre :** présente le processus biologique considéré pour le traitement des effluents organiques qui est la digestion anaérobie, ainsi que les différentes étapes qu'elle renferme, on terminant par une présentation des différents paramètres influençant cette méthode de traitement et les différents types de réacteur anaérobie.

**Le troisième chapitre :** Présente le matériel et méthodes employés dans la partie expérimentale, ainsi que les technique et les méthodes employées dans cette étude et en particulier le réacteur en batch utilisé au laboratoire, en considérant les différents paramètres à mesurer (TA,  $pH=4$  et TAC  $pH=6$ , DCO (totale et soluble), TS, TVS, MS, MES, MVS, volume du biogaz et volume du méthane).

**Dans le chapitre IV :** sont présentées une analyse et une interprétation des résultats obtenus durant le suivi expérimental de la biodégradation des trois margines testés, en phase mésophile ( $T=37^{\circ}C$ ) et thermophile ( $55^{\circ}C$ ) ainsi que la présentation du bilan massique après incubation lié à chaque cas.

A la fin une conclusion générale est présentée, où seront rappelés les objectifs fixés et les résultats obtenus avec des recommandations.



# Chapitre 1

## La margine d'olive

## Chapitre I

### La margine d'olive

#### I.1 Généralités sur l'olivier :

##### I.1.1 Origine de l'olivier :

L'olivier est parmi les plus vieux arbres cultivés dans le monde. Les premiers vainqueurs des Jeux olympiques au 7<sup>e</sup> siècle avant Jésus Christ se voyaient couronnés de rameaux d'olivier et recevaient des jarres d'huile d'olive en récompense de leurs performances. De tout temps, l'olivier a été associé à des vertus telles que la sagesse, la paix, la victoire, la richesse, la fertilité et la fidélité[2].

L'origine de l'olivier a été le sujet de plusieurs débats. Bien que des fossiles datant de la période tertiaire (il y a 1 million d'années) ait prouvé l'existence un ancêtre de l'olivier en Italie (Boskou, 1996), il paraît certain que l'olivier existait depuis 5000 ans dans la région qui correspond à l'ancienne Perse et Mésopotamie, puis sa culture s'est étendue dans le "croissant fertile", aire englobant l'Égypte, la Syrie, la Palestine et la Phénicie[2].

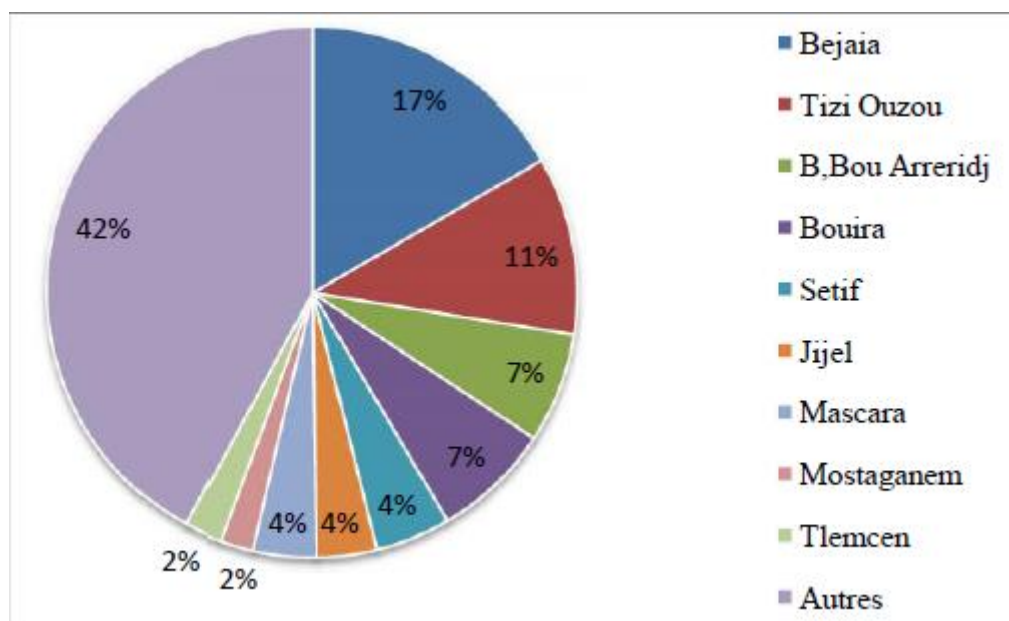
En Algérie, la culture de l'olivier remonte à la plus haute antiquité. En effet, l'huile d'olive faisait l'objet d'un commerce intense entre Algérie et Rome, durant l'époque romaine et constituait l'une des bases essentielles des activités économiques des populations rurales. Des historiens et géographes, tels que Polybe au I<sup>er</sup> siècle avant J.-C., Idrissi au Xe siècle Marmoleau XVI<sup>e</sup> siècle, décrivaient avec admiration les olivettes qui assuraient la prospérité de l'Algérie. nous rencontrons, dans certains coins reculés des hauts plateaux dénudés de toute végétation pérenne, de nombreux vestiges de pressoirs d'olives datant de l'époque romaine[2].

##### I.1.2 L'oléiculture en Algérie :

Oléiculture algérienne occupe une place de choix dans l'arboriculture algérienne avec 46 % de la superficie totale. L'oléiculture occupe la première place avant les agrumes et la vigne. Elle est présente sur l'ensemble du territoire[3].

La surface oléicole s'étend sur trois principales régions : le Centre, avec 54,3 % de la superficie totale ; l'est, avec 28,3 % ; et l'ouest, avec 17 % (Figure 1). La plupart des oliveraies (80 %) sont situées dans des zones de montagne, sur des terrains accidentés et marginaux, peu fertiles. Le reste des oliveraies (20 %) est, dans les plaines occidentales du pays[4].

L'Algérie est l'un des principaux pays méditerranéens dont le climat est des plus propices à la culture de l'olivier. L'oléiculture est la première richesse arboricole de l'Algérie, elle constitue une source de subsistance pour plusieurs familles. En, trois régions principales partagent sa production : la grande Kabylie (Tizi Ouzou), petite Kabylie (Bejaia, Bouira, Boumerdès) et une partie de l'Est (Jijel, Skikda, Sétif et Guelma)[5].



**Figure I.1** Répartition des zones géographiques de l'oléiculture algérienne[4].

## I.2 Technologie de fabrication de l'huile d'olive :

### I.2.1 Opérations préliminaires :

Elles consistent à l'effeuillage des olives qui se fait généralement par aspiration, suivi par le lavage afin d'éliminer les matières étrangères (saletés, moisissures...). Ces matières peuvent d'une part, altérer les propriétés organoleptiques de l'huile (couleur, odeur, goût) d'autre part, user les broyeurs métalliques[6].

### I.2.2 Broyage :

Cette opération consiste à la dilacération du tissu des olives pour libérer les gouttelettes

d'huile contenue dans les vacuoles à l'intérieure des cellules d'olives. 'autre part, user les broyeurs métalliques[6].

### **I.2.3 Malaxage :**

Le malaxage est une opération fondamentale pour augmenter le rendement à l'extraction. Il a pour but de rompre l'émulsion huile /eau et de favoriser ainsi l'agrégation des gouttelettes d'huiles de manière à en former de plus grosses. Dans notre étude , le malaxage est réalisé par foulage aux pieds pendant plusieurs heures , puis ajoute d'eau tiède à une température 35-40°C pour faciliter l'extraction de l'huile[7].

### **I.2.4 Séparation des phases :**

#### **I.2.4.1 Séparation des phases liquides-solides :**

La pâte malaxée va ensuite être pressée ou centrifugée horizontalement afin de séparer les phases solides et liquides. La phase solide contient les restes des noyaux ainsi que la peau et la pulpe des olives dépourvus de son huile. Cette phase solide s'appelle "grignons" et constitue l'undes deux principaux coproduits de la fabrication de l'huile d'olive[2].

#### **I.2.4.2 Séparation des phases liquides-liquides :**

La phase liquide est un mélange d'eau et d'huile qu'il faut séparer. Cela se fait soit par simple décantation gravitationnelle, soit par centrifugation. Dans les deux cas la phase aqueuse appelée "margines" est séparée de l'huile et constitue le second coproduit de la fabrication de l'huile d'olive[2].

### **I.3 Procédés d'extraction d'huiles d'olives :**

#### **I.3.1 Système discontinu de presse (ou classique) :**

Les systèmes à presses sont des systèmes classiques. Ils commencent par un broyage des olives suivi du malaxage et du pressage. Il permet la récupération de trois phases: deux liquides, l'huileet l'eau de végétation (margine) et une phase solide grignon[8].

### II.3.2 Procédé continu à trois phases :

Les olives sont lavées, broyées, mélangées avec de l'eau chaude et malaxées pour former la pâte d'olive qui est ensuite diluée[8].

## I. 4 Les margines :

### I.4.1 Définition d'margine :

Les margines sont des eaux de végétation qui sont générées lors de l'extraction de l'huile d'olive vierge. Ce sont des effluents riches en matière organique (composés phénoliques, lipides, sucres, protéines...) et en sels minéraux (potassium, sodium, magnésium...). Ces margines sont souvent épandues de manière incontrôlée sur les sols agricoles ou stockées dans les cuvettes, exposant ainsi les systèmes eau sol- plante à une pollution inéluctable[9].

### I.4.2 Composition chimique des margines :

Les margines présentent une couleur rose-brun intense ou noire, avec une forte odeur d'olive, un aspect trouble et un pH de 4 à 6 avec un fort pouvoir tampon. Leur composition a été bien étudiée et comporte approximativement 90 % d'eau, 7 à 15 % de matières organiques et 1 à 2 % de substances minérales. La composition organique varie en fonction du stade de maturation des olives, du processus d'extraction, des conditions climatiques et de la variété de l'olivier. Le système de presse traditionnelle produit un volume de margine de l'ordre de 0,4 à 0,5 m<sup>3</sup>/t d'olives traitées qui peut aller jusqu'à 2 m<sup>3</sup>/t avec le système continu. La DCO et la DBO<sub>5</sub> peuvent respectivement dépasser les 100 et 200 g/L [10].

#### I.4.2.1 Fraction minérale :

Les margines contiennent des quantités significatives de sels minéraux, leur teneur varie de 4 à 42 g/L pour celles issues de l'extraction par pression et 0,4 à 12,5 g/L pour celles de centrifugation. Le tableau suivant montre les valeurs minimales et maximales des minérales et des métaux lourds déterminés sur les margines issues de deux systèmes d'extraction de l'huile [6].



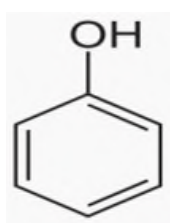
**Tableau1** : Composition minérale des margines.[6]

Elément	Concentration (mg/l)
Orthophosphates ( $\text{PO}_4^{3-}$ )	800,6
Chlorures ( $\text{Cl}^-$ )	270,2
Sulfate ( $\text{SO}_4^{2-}$ )	16,68
Sodium ( $\text{Na}^+$ )	5370,9
Potassium ( $\text{K}^+$ )	15295,5
Calcium ( $\text{Ca}^{2+}$ )	1167,6
Magnésium ( $\text{Mg}^{2+}$ )	410,3
Fer (Fe)	103,4
Aluminium ( $\text{Al}^{3+}$ )	8,34
Chrome ( $\text{Cr}^{3+}$ )	0,66
Nickel (Ni)	3,36
Cobalt (Co)	1,33
Manganèse (Mn)	1,66
Cadmium (Ca)	0,83
Oxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ )	41,7
Zinc (Zn)	10,0

#### I.4.2.2 Fraction organique :

Les margines comportent deux fractions organiques :

- Une fraction insoluble constituée essentiellement de pulpes d'olives qui représente la matière en suspension et colloïdale.
- Une fraction soluble dans la phase aqueuse qui contient les sucres, le composé azotés, les vitamines, les acides organiques, les lipides et les composés phénoliques [6] . Les polyphénols sont molécules bioactives présentes dans les plantes, aux structures très hétérogènes ayant pour point commun la présence d'au moins un noyau aromatique (groupement phénol) sur lequel sont présents plusieurs groupements hydroxyles (-OH) . La figure suivante montre la structure de noyau phénol (Figure 02).



**Figure I.2:** Structure de noyau phénol.

Les composés phénoliques des margines proviennent de l'hydrolyse enzymatique des glucides et des esters de la pulpe d'olive au cours du processus d'extraction. Ils sont très divers et leurs structure est très variable, ils sont plus solubles dans les eaux de végétation, ce qui explique leur concentration élevée dans les margines. La couleur des margines est fonction de l'état de dégradation des composés phénoliques et des olives dont ils dérivent[11].

**I.5 Caractéristique microbiologique :**

Des analyses microbiologiques ont montré que les levures et les champignons sont capables de s'y développer mieux que les bactéries. 130 espèces de microorganismes lipolytiques (56 champignons, 22 levures et 52 bactéries) ont été rapportées dans les margines. Des bactéries cellulolytiques, des champignons pectinolytiques et des actinomycètes sont également rapportées. Plusieurs genres des levures sont isolés et identifiés dans les margines : *Saccharomyces*, *Candida* et *Williopsis*[8].

**I.6 Impact de margine sur l'environnement :**

Les margines, effluents d'extraction de l'huile d'olive, posent de sérieux problèmes de pollution par leur concentration élevée en matières organiques et en poly phénols. Des études de toxicité et de biodégradabilité ont montré que les composés phénoliques qui sont de nature humiques, sont responsables de la coloration noire très peu toxiques et difficilement biodégradables par contre, les composés organiques sont très toxiques mais biodégradables.

En effet, le rejet des margines reste jusqu'à présent un problème écologique prépondérant. Ainsi qu'un redoutable souci pour les pays producteurs d'huile d'olive où de larges volumes sont produits dans des intervalles de temps très brefs s'étendant de Novembre jusqu'à Avril. L'absence de méthodes de traitement adaptées pousse les propriétaires d'huileries à rejeter ces eaux dans la nature sans aucun contrôle[12].

**I.6.1 La pollution des eaux :**

La coloration des eaux naturelles due aux tannins est l'un des effets les plus visibles de la pollution. De plus, la teneur élevée en sucres réducteurs provoque la prolifération des microorganismes qui y profitent comme substrat, ceci diminue la disponibilité de l'oxygène pour

d'autres organismes vivants et entraîne un déséquilibre de l'écosystème aquatique, de même que l'accumulation du phosphore provoque l'eutrophisation des eaux et favorise la multiplication de pathogènes.

En outre, l'épandage des margines, très riches en éléments azotés, peut causer la pollution des nappes souterraines situées dans la zone ou à proximité du site d'épandage et souiller la qualité de l'eau potable ; or dans le bassin ensuite, les lipides présents dans les margines forment un film impénétrable à la surface

des rivières et ses bords empêchent la pénétration de la lumière et l'oxygène méditerranéen, les ressources en eau sont rares et leur préservation, tant que quantitativement que qualitativement est capitale.

Ensuite, les lipides présents dans les margines forment un film impénétrable à la surface des rivières et ses bords empêchent la pénétration de la lumière et l'oxygène[13].

### **I.6.2 La pollution de l'air :**

Causée généralement par la décomposition de ces effluents. Leur forte teneur en sels, leur forte charge organique et leur acidité saturent les milieux récepteurs et provoquent des dégagements d'odeur désagréable liée à la formation d'hydrogène sulfureux ( $H_2S$ ), lors du processus de fermentation [14].

### **I.6.3 La pollution du sol :**

L'épandage direct des effluents d'huileries d'olive sur les sols provoque un colmatage et une diminution de leur qualité.

Les substances toxiques contenues dans ces eaux se fixent dans les sols. Certaines de ces substances telles que les phénols peuvent inhiber l'activité microbienne du sol [14].

### **I.7 Valorisation des margines :**

Les margines sont riches en matière organique, en sels minéraux notamment en potassium, en magnésium et en phosphore. De nombreux travaux ont été réalisés pour la valorisation et l'utilisation de ces effluents, parmi ces applications on peut citer[9].

#### **I.7.1 Production de biogaz :**

L'application du processus de la digestion anaérobie aux margines permet de transformer environ 80% des substances organiques en biogaz (65 à 70% de méthane). Ainsi, la

fermentation méthanoïque permet la dépollution des margines tout en produisant de l'énergie[8].

### **I.7.2 Utilisation en alimentation animale :**

Les margines ont été utilisées directement comme aliment pour le bétail. Cependant, cette pratique reste à risque, en raison des taux élevés en sodium et en composés phénoliques pouvant engendrer un effet antitrypsique. De même, elles ont été fournies aux volailles à la place de l'eau potable [48]. Cette expérience a montré qu'il y avait un léger abaissement du taux de mortalité de ces animaux[9].

# Chapitre II

## La digestion anaérobie



## Chapitre II

### La digestion anaérobie

#### II.1 Historique de la digestion anaérobie :

La découverte de la méthanisation remonte à 1776 lorsque Alessandro Volta durant une de ses Promenades observa que du gaz se libérait d'un marais. Après avoir étudié ce phénomène et fait plusieurs expériences, il mit en évidence que le gaz des marais était inflammable. Un peu plus tard (1787), Antoine Laurent Lavoisier lui donne le nom de gas hidrogenium Carbonatrum mais le terme de méthane fut proposé en 1865 et confirmé en 1892 par un Congrès international de nomenclature chimique. Pendant ce temps, la présence de ce gaz est mise en évidence dans d'autres milieux (dont le fumier) et son origine est attribuée à l'activité microbienne. Au début du XX<sup>ème</sup> siècle, la première installation produisant du voit le jour à Exeter en Grande -Bretagne, elle permet l'éclairage des rues de la ville. Dans les années 1920, l'allemand Karl Imhof met au point un système de digestion continu, qui équipe quelques années plus tard plusieurs villes allemandes. Les premiers systèmes fonctionnels discontinus de bio méthanisation ont été développés en Algérie dès 1939, puis en Franc par Marcel Isma et Gilbert Du cellier. Durant les années de croissance qui suivirent, ces techniques ont été oubliées avant d'être redécouvertes dans les années soixante-dix , lorsque les chocs pétroliers ont montré la nécessité de rechercher des sources d'énergies , alternatives .De nouveaux procédés ont vu le jour tels que les systèmes semi-continus , avec ou sans fixation de biomasse qui permettent la méthanisation de substrats divers : effluents industries dont la charge polluantes est élevée , boue d'épuration , déché ménagers , lisier.....[15].

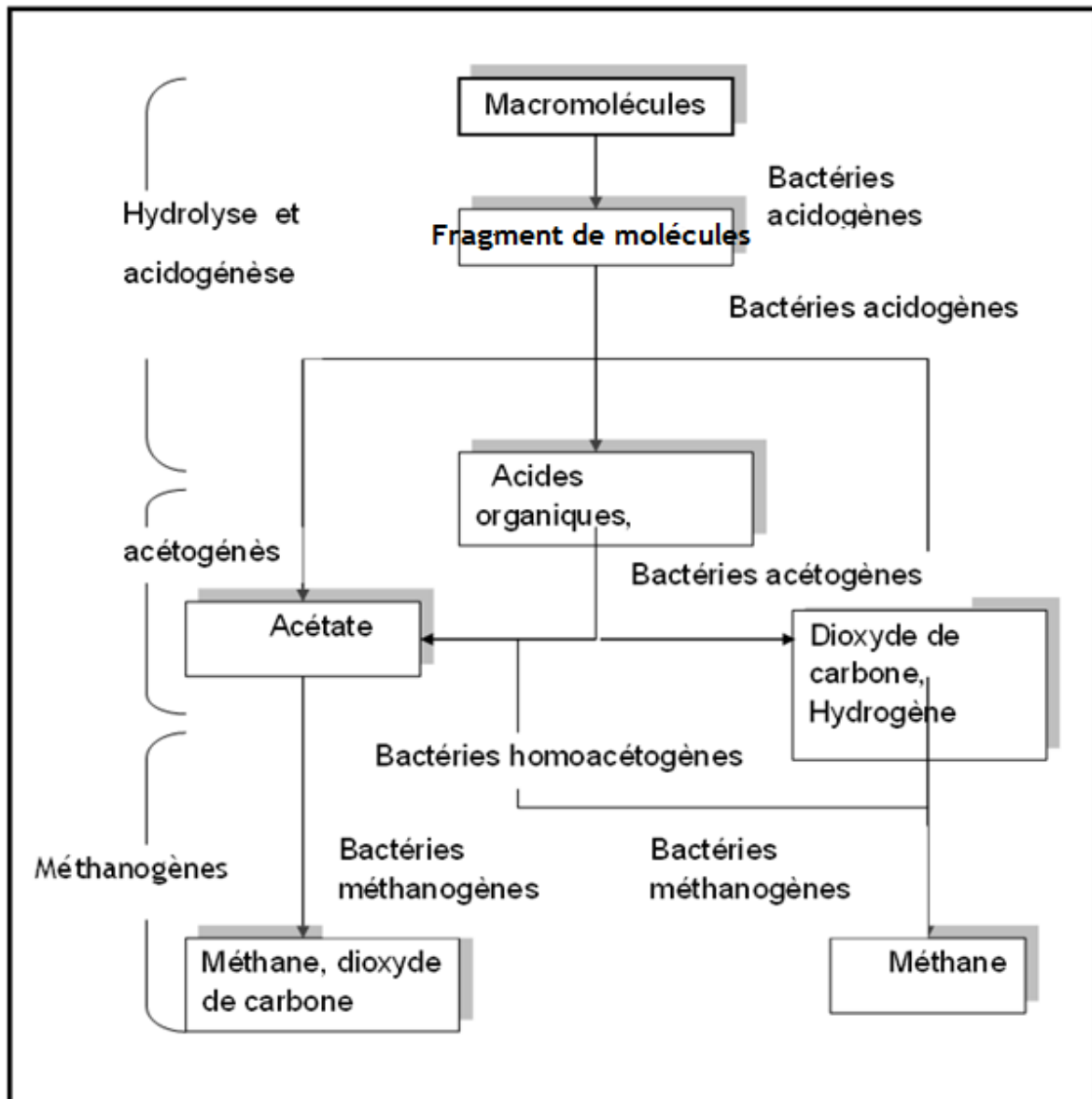
#### II.2 Principe de la digestion anaérobie :

La digestion anaérobie ou méthanisation est un procédé biologique qui exploite la capacité de certains microorganismes à dégrader la matière organique en l'absence d'oxygène pour produire un biogaz riche en méthane , utilisable comme source d'énergie .Le méthane , s'il n'est pas récupéré et valorisé , est également un gaz à effet de serre important qui a un potentiel de réchauffement global 25 fois supérieur au CO<sub>2</sub> .Plus de 60% des émissions de méthane sont d'origine anthropique (agriculture, énergie, secteur des déchets[16].

### II.3 les étapes de la digestion anaérobie :

La digestion anaérobie a lieu en absence d'oxygène, dans une gamme de pH comprise entre 6 et 9 et une teneur en eau et en nutriments suffisante. Lorsque ces conditions sont réunies, la matière organique est dégradée par une succession de quatre étapes .[17]

L'hydrolyse, l'acidogènes, l'acétogénèse, et la méthanogènes comme le montre la figure 1 :



**FigureII. 1 :** Schéma métaboliques de la digestion anaérobie[18].

### **II.3.1 L'hydrolyse :**

L'hydrolyse est un processus extracellulaire dans lequel des substances organiques particulières complexes (protéines, polysaccharides, lipides, cellulose, etc.) sont décomposés en composés simples, solubles (acides aminés, sucres simples, acides gras, glycérol, etc.). C'est une étape importante avant le procédé de fermentation, car les bactéries fermentatives ne peuvent pas absorber les polymères organiques complexes directement dans leurs cellules[19].

### **II .3.2 L'acidogènes :**

L'étape d'acidogènes consiste en une dégradation des composés produits par l'étape d'hydrolyse, par l'action des bactéries acidogènes et fermentatives. Elle conduit à la formation d'un mélange de composé : acide organiques, acides gras volatils (AGV), alcools (hydrogène, dioxyde de carbone, ammonium)[20].

### **II.3.3 L'acétogénèse :**

Au cours de cette étape, l'oxydation des substrats (surtout les acides propénoïque et butyrique et l'éthanol) est couplée à la formation d'hydrogène et d'acétate. Lorsque la pression partielle en hydrogène s'élève, cette oxydation est thermodynamiquement impossible (réaction endergoniques). Par conséquent, la croissance de la flore acétogène et l'utilisation du substrat dépendent strictement de l'élimination de l'hydrogène du milieu par les microorganismes méthaniques. Cette association syntrophique avec des bactéries méthanogènes hydrogénophiles permet de rendre les réactions endergoniques possibles[21].

### **II.3.4 La méthanogènes :**

La méthanogènes implique la consommation d'hydrogène et la réduction par paliers du dioxyde de carbone. Un certain nombre de substrats peut être utilisé pour la méthanogènes (acétate, formate, alcools de petite taille issus de la dégradation des pectines, ...), mais le dioxyde de carbone et l'hydrogène sont néanmoins les principaux substrats impliqués. Ainsi, la majorité du dihydrogène provenant de la dégradation des glucides termine en méthane[22].

## **II.4 Paramètres physico-chimique influençant la digestion anaérobie**

### **II.4.1 Température :**

La température opérationnelle à l'intérieur du digesteur est l'un des paramètres majeurs du processus de production de biogaz. Elle a un effet sur le niveau d'activité bio méthanogène, la durée de la fermentation et sa stabilité.

Généralement, 3 plages de température sont retenues pour la digestion anaérobie, avec des avantages et des limitations spécifiques :

- 1) **La digestion anaérobie psychrophile** (<25 °C) qui favorise souvent une activité méthanogène limitée.
- 2) **La digestion anaérobie mésophile** (25–40 °C) qui représente la plage optimale pour la production de biogaz.
- 3) **La digestion anaérobie thermophile** (>45 °C), souvent associée à une production méthanogène plus importante. En effet, les processus thermophiles deviennent plus rapides, mais également plus instables et moins efficaces économiquement[23].

#### II.4.2 pH :

Le pH est un des paramètres les plus importants pour la méthanisation et un contrôle accru de sa variation est fondamental pour le bon fonctionnement des réacteurs. Un pH stable indique un système en équilibre et une méthanisation performante. En revanche, des variations du pH, plus souvent sa diminution, sont signes de problèmes. Les bactéries Méthanogènes sont très sensibles aux variations du pH : de petites altérations peuvent même menacer la production du gaz. À cause de cela, le contrôle de l'alcalinité est important afin de maintenir le pH dans les valeurs voulues. Si la plage de fonctionnement acceptable d'un réacteur se situe entre 5,5 et 8,5, les valeurs idéales pour les microorganismes méthanogènes varient entre 7,0 et 7,2. La chute du pH en dessous de 5,0 est mortelle pour ces organismes et même des valeurs proches de 6,0 causent souvent un arrêt du procédé. Comme la digestion anaérobie est une séquence de réactions, chacune ayant des sous-produits différents, les uns peuvent influencer négativement les autres. Une surproduction des acides volatils par les organismes acidogènes peut mener à une baisse du pH et, conséquemment, à une inhibition de la méthanogènes. Cela peut être une situation causée par un grand apport de matières fraîches au digesteur. En revanche, une surconsommation des acides pour la formation de méthane peut engendrer une augmentation du pH et un ralentissement de l'acidogènes[24].

### II.4.3 Agitation :

Dans ce milieu extrêmes humide , l'agitation a pour objectif d'éviter d'une part la flottation de certains débris ( végétaux par exemple) et d'autre part la décantation de parties plus dense .Cette agitation , qui n'a besoin d'être permanente ,peut se faire mécaniquement , par pompage périodique ou par circulation de biogaz comprimé [25].

### II.4.4 Les inhibiteurs :

Plusieurs inhibiteurs potentiels de la fermentation méthanique existent. Parmi les plus étudiés, on peut citer : les oxydants (oxygène, nitrates, sulfates,...), les acides gras volatils, les antibiotiques, l'ammoniac, les détergents...[18].

### II.4 .5 Le potentiel redox :

La fermentation méthanique ne se déroule qu'en anaérobiose stricte, les populations méthanogènes et a cétoènes étant les plus sensibles à l'oxygène et aux oxydants potentiels (nitrates, nitrites,). Par ailleurs, la majorité des microorganismes participant à la phase d'hydrolyse-acidogènes sont des anaérobies facultatifs qui permettent une élimination rapide de l'oxygène pouvant être présent dans le milieu.[18]

### II.4.6 Alcalinité :

Lorsqu'on mesure l'alcalinité d'un digesteur ,on a deux types d'alcalinité : celle due aux AGV et celle due aux bicarbonates ;L'alcalinité due bicarbonates de calcium doit être relativement élevée pour bien fonctionner .On considère ,en général ,qu'il est nécessaire d'avoir au moins à 1000 mg .L-1 d'alcalinité (exprimée en  $\text{Ca CO}_3$ ) dans un réacteur qui fonctionne bien .Le carbonate joue non seulement le rôle de pouvoir tampon mais contribue aux équilibres des diverses formes du gaz digesteur de l'azote ammoniacal, qui contribuera à générer de l'alcalinités permettant ainsi un fonctionnement plus stable du digesteur . [26]

### II.4.7 Nutriment :

La croissance des bactéries nécessite les aliments suivants :

- Les aliments constitutifs qui rentrent dans la structure de la cellule bactérienne comme O, N ....

- Les sources d'énergies : le rayonnement lumineux ou bien l'oxydation de produits chimique ou minéraux.

De plus, les bactéries exigent des substances organiques qu'elles ne savent pas synthétiser. Ces substances sont nommées facteurs de croissance. Beaucoup de ces substances sont des vitamines, des acides aminés et des bases purique et pyrimidique. Les bactéries qui doivent trouver ces facteurs de croissance dans leur alimentation sont appelées auxotrophes. Les bactéries qui n'ont pas besoins de tel facteur dites phototrophes [27] .

#### **II.4.8 La matière organique MO :**

Elle est constituée de carbohydrates , protéines , graisses de la matière organique dans les boue s'exprime généralement par le pourcentage des matières sèches qui sont volatiles , matière volatiles sont les composés organique qui sont éliminés quand les boues sont chauffées à 550 degrés sous conditions oxydantes .La plupart des boues fraîches sont constituées de 75 à 85 % de matière volatile .La matière volatile est importante puisqu'elle peut générer des odeurs désagréables .Elles peut être valorisée quand les boues sont utilisées comme fertilisant [28].

#### **II.4.9 Les métaux lourds :**

La concentration des métaux dans les boues dépend du type de l'eau résiduaire qui est traitée ,le cadmium , chrome , cuivre, plomb, nickel, mercure, argent et zinc peuvent être présent [28].

#### **II .4.10 L'inoculum :**

L'inoculum est un élément essentiel pour produire un biogaz de qualité et en quantité particulièrement en méthanisation en voie sèche. Le terme inoculum définit un liquide qui est chargé en nutriments, en capacité tampon, en eau et en microorganismes pouvant réaliser la

digestion anaérobie. La quantité de l'inoculum apportée dans le milieu module la teneur en eau de celui-ci imbibant les déchets et favorisant ainsi l'action des microorganismes comme

décrit précédemment. Les différentes sources d'inoculum sont variables et peuvent correspondre à des digestes liquides ou solides, à des boues de stations d'épuration, des fumiers, des lisiers, d'un liquide issu d'un précédent cycle de digestion anaérobie [17].

#### **II.4.11 Oxygène moléculaire et teneur en eau :**

L'oxygène  $O_2$  est toxique pour les bactéries anaérobies strictes que les bactéries acétogènes et méthanogènes. Il faut donc éviter toute entrée d'air en travaillant par exemple en conditions noyées. La méthanisation est donc un procédé particulièrement adapté aux déchets fortement humides. La teneur en eau optimale se situe aux alentours de 90% [27].

#### **II.4.12 Concentration de matière organique dans les substrats :**

Le niveau de concentration en matière organique dans les substrats est important pour le fonctionnement de l'installation et pour la prévision des quantités de biogaz produit. Ce paramètre peut être mesuré par la « Demande Chimique en Oxygène » (DCO) avec comme unité courante la masse d'oxygène consommé pour la dégradation biologique ( $gO_2/l$ ). La mesure de cette grandeur à l'entrée et à la sortie du méthaniseur permet de calculer l'efficacité du traitement [29].

### **II.5 Avantages et inconvénients de la digestion anaérobie : [30]**

Les avantages de la digestion anaérobie sont :

- bonne efficacité obtenue dans la dépollution à débits élevés ;
- adaptation aux faibles températures ;
- simplicité et flexibilité du système ;
- faible besoin d'espace ;
- faible consommation d'énergie ;
- faible production de boues (2 à 30 fois moindre qu'en traitement aérobie) ;
- besoin de peu d'éléments nutritifs ou de produits chimiques pour le fonctionnement ;
- adaptation des bactéries pour la destruction de nombreux produits toxiques

Cependant, elle comporte aussi quelques inconvénients :

- Une forte sensibilité aux variations de charges et aux composés toxiques.
- Une dégradation plus lente que pour les procédés aérobies.

- Des coûts d'investissement importants.
- Du fait de la faible vitesse de croissance bactérienne, la cinétique d'épuration est lente et les périodes de démarrage des réacteurs relativement longues.
- Les populations microbiennes sont sensibles aux perturbations, en particulier à l'oxygène et aux métaux lourds ou encore aux surcharges organiques et le procédé se révèle souvent instable.
- Le traitement par digestion anaérobie est souvent insuffisant pour rejeter directement les effluents dans le milieu naturel : un post-traitement aérobie de finition est nécessaire pour achever l'élimination du carbone et éventuellement de l'azote et du phosphore.
- Mauvaise odeur.

## II.6 Produits de la méthanisation :

Lors de la transformation de la matière organique, la digestion anaérobie produit le biogaz.

Le biogaz a une importante fonction comme source d'énergie[26].

### II.6.1 Biogaz :

Le biogaz produit à partir de déjection animales et résidus végétaux figure parmi les sources d'énergie les plus durables, notamment en raison de son potentiel de production au niveau de petites unités décentralisées et parce qu'il n'exige aucune infrastructure importante pour son transport[31].

### II.6.2 Composition et valorisation du biogaz : [32]

La méthanisation transforme essentiellement la matière organique en un gaz énergétique appelé « biogaz » composé de différents gaz issus des réactions biologiques.

#### II.6.2.1 Composition du biogaz :

Les rendements en méthane et la composition du biogaz produit sont variables et sont liés à plusieurs facteurs.

-autres gaz détectables : hydrogène sulfuré ( $H_2S$ ), ammoniac ( $NH_3$ ), gaz hydrogène.



### II.6.2 .2Valorisation énergétique du biogaz :

- nature des effluents à traiter (proportion de carbone, hydrogène, azote, soufre et oxygène).

- teneur en MES des effluents.

Des différentes sources de production conduisent à des compositions spécifiques et variables

Durant la digestion méthanique, les composés organiques sont finalement

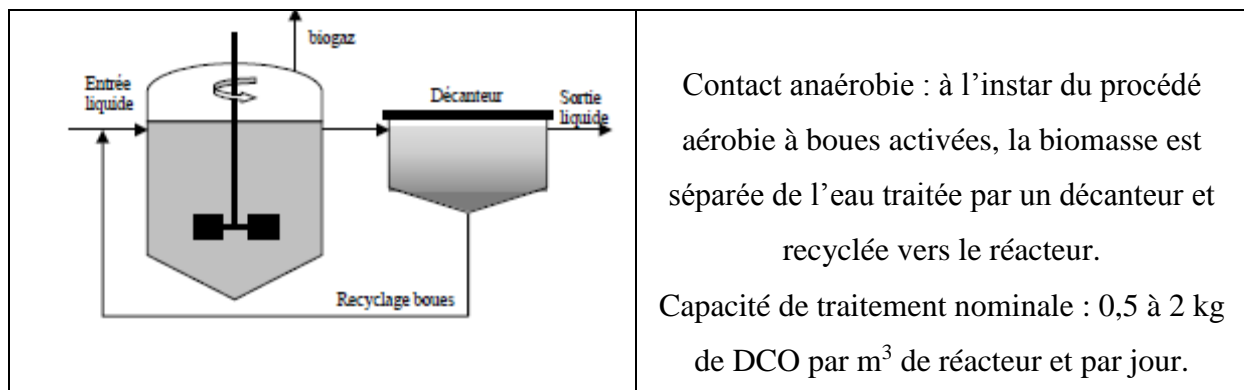
Convertis-en :

-méthane ( $CH_4$ ) : sa teneur dans le biogaz peut varier de 50 à 80 %

- dioxyde de carbone ( $CO_2$ ) : le biogaz issu de la méthanisation des liquides contient généralement entre 10 et 30 % (moyenne 20 - 25 %) de ( $CO_2$ ). Le biogaz issu de la digestion des solides en contient une quantité généralement supérieure de 35 à 50 %.

Le biogaz est utilisé en tant que combustible ou carburant pour éviter le rejet à l'atmosphère du méthane, gaz participant à l'effet de serre. Il peut servir à la production de la chaleur ou de l'électricité ou les deux à la fois (cogénération), Par ailleurs, il peut aussi être injecté dans les réseaux locaux de gaz naturel. Les quantités de biogaz récupérées lors du traitement des effluents sur les installations anaérobies peuvent être importantes et l'économie énergétique non négligeable.

### II.7 les différents types de réacteur anaérobie :



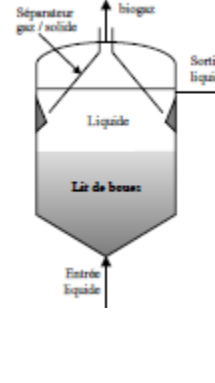
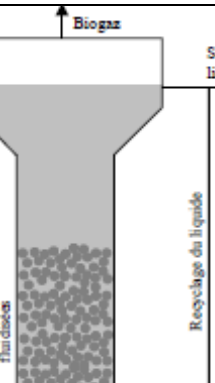
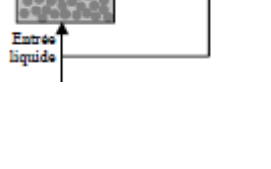
	<p>Lit fixe : nous retrouvons dans cette famille des lits à garnissages « vrac » et des lits à garnissages orientés.</p> <p>Capacité de traitement nominale : 2 à 20 kg de DCO par m<sup>3</sup> de réacteur et par jour.</p>
	<p>UASB (lit de boues) : cette technologie représente près de 50% des installations existantes en traitement d'eaux résiduaires industrielles.</p> <p>Capacité de traitement nominale : 2 à 20 kg de DCO par m<sup>3</sup> de réacteur et par jour.</p>
	<p>Lit fluidisé : la biomasse est fixée sur un support granulaire mis en suspension par la circulation de l'eau à traiter. Le support est ainsi expansé (fluidisé) tout en restant dans le réacteur.</p> <p>Capacité de traitement nominale : 2 à 50 kg de DCO par m<sup>3</sup> de réacteur et par jour.</p>

Figure II.2 : les différents types de réacteur anaérobie[33] .

# Chapitre III

# Matériels et méthodes

## **Chapitre III**

### **Matériels et méthodes**

#### **III. I Introduction :**

L'objectif de ce chapitre est de décrire les échantillons étudiés et de présenter tous les protocoles et techniques utilisés au cours de cette étude. Ainsi, l'origine des boues, les réacteurs utilisés au sein de laboratoire de la faculté de génie des procédés de Constantine pour la réalisation de l'expérience et de digestion anaérobie et du substrat sont exposés.

#### **III. 2 Protocole de mesure de la biodégradation anaérobie :**

##### **III.2.1 L'origine des boues utilisées :**

L'inoculum utilisé dans les travaux de ce mémoire sont issu de la station d'épuration (STEP) d'OUED EL ATMNIA de la périphérie de Constantine après avoir concentré en éliminant le surnageant clair constitué principalement d'eau. Ses propres caractéristiques sont développées ci-dessous, les échantillons des boues d'épuration sont prélevés du bassin secondaire de la STEP. Le prélèvement était de 20 L pour avoir une représentabilité suffisante vis -à-vis des analyses à effectuer.

La quantité de boue utilisée dans notre expérience a été incubée seule pendant une semaine dans des flacons à sérum fermés hermétiquement et maintenu à une température 37°C.

##### **III.2.2 L'origine du substrat :**

Les essais de solubilité sont effectués sur trois déchets d'olives (la margine) leurs prélèvements ont été effectués en décembre 2018 à partir du bassin de stockage des margines d'olive et transporté dans une bouteille de 1.5l, elles sont obtenues à partir d'olives de couleur mi- noires.

- La région D'Akbou (Béjaia) ; presse à olive traditionnelle
- La région de Grarem Gouga (Mila) ; presse à olive automatique
- La région de Sidi Maarouf (Jijel) ; aussi, presse à olive automatique

##### **III. 2. 3 Préparation du substrat (margines d'olive) :**

Les échantillons de margines d'olives de (Mila, Jijel, Bejaia) ont subi un broyage mécanique puis stocké avant son utilisation à l'obscurité dans un environnement non oxygéné à 4°C.

L'appareil de broyage utilisé est un broyeur traditionnel de cuisine « CONDOR » MODEL NO : MX-D1552/MX-D1552S de puissance 500W de capacité 1,5 litre, voir figure (III.2). On s'est proposé de comparer la solubilité des trois margines afin de vérifier laquelle des trois donne une meilleure solubilité favorisant ainsi l'étape de l'hydrolyse, dans la digestion anaérobie qu'on va étudier dans des réacteurs batch.

Le volume des échantillons à broyer est de 1500 ml pour chaque margine qui va être utilisé,

- Une partie pour les mesures des paramètres qui nous permettent de déduire la solubilité, TS, TVS, MES, et de la DCO soluble et totale
- Une autre partie pour la préparation des réacteurs batch de digestion anaérobie en phase mésophile (37°C) et en phase thermophile (55°C).



**Figure III.1 :** Margine d'olives après le broyage **Figure III.2:** un broyeur traditionnel

## III. 2.4 caractéristiques du substrat et de la boue

Tableau III.1 : caractéristiques du substrat et de la boue utilisée

Paramètres	TS	TVS	MES	MVS	TA	TAC	DCO <sub>T</sub>	DCO <sub>s</sub>
Unité	g/l	g/l	g/l	g/l	mgCaCO <sub>3</sub> /l	mgCaCO <sub>3</sub> /l	gO <sub>2</sub> /l	gO <sub>2</sub> /l
<b>Substrat1</b> (Jijel)	111.77	100.34	40,25	39,87	0	662,2	115.38	102.56
<b>Substrat 2</b> (Mila)	143.91	137.39	133,69	133,25	0	68	94.87	39.74
<b>Substrat 3</b> (Bejaia)	250.65	245.85	125,48	124,64	224	654	89.74	76.92
<b>Boue</b>	30.40	18.07	/	/	66.6	26.6	76.92	74.35

## III. 2 .5 Description du digesteur :

Les mesures du biogaz et méthane produites dans des flacons fermés hermétiquement sont appelées potentiel méthanogène (Biochemical Méthanogène potentiel ou BMP) elles sont réalisées grâce à une méthode décrite par [34]. Ainsi, 150 ml d'un mélange du substrat, d'inoculum et de solution nutritive sont introduits dans un flacon à sérum de 250ml pour les tests mésophiles et de 125ml pour les tests thermophiles. La quantité de substrat est calculée de façon à obtenir des ratio inoculum /substrat(I/S) égale à 1 qui a été définie à partir des données bibliographiques, après remplissage, comme le montre la figure III. (3 et 4) les flacons sont bouchés à l'aide d'un septum en caoutchouc. Tous les réacteurs bath sont maintenus en phase mésophile et en phase thermophile.



**Figure III.3** : Réacteur batch utilisé (125 ml) **Figure III.4** : réacteur batch utilisé (250 ml).

### III. 2.6 Description du dispositif de mesure du biogaz :

La mesure du volume de biogaz et du méthane produit au cours du temps s'effectue par une colonne d'eau acidifiée ( $\text{pH} = 2$ ) afin de réduire au maximum la dissolution du  $\text{CO}_2$ . (Voir figure III.4), l'expérience se poursuit jusqu'à observation d'une production de biogaz et méthane nul. Pour un même échantillon, le test comprend une série de bath. Chaque batch est doublé et les résultats sont moyennés sur les deux mesures expérimentales. Chaque série de tests est réalisée en parallèle d'un test sans ajout de substrat (blanc) qui permet d'estimer la production de biogaz liée à la dégradation résiduelle de l'inoculum. Ensuite, par différence entre la production de méthane (ou de biogaz) cumulée des tests avec substrat avec celle des tests blancs, on obtient le potentiel méthanogène (ou biogaz) du substrat étudié. Les valeurs de production en gaz sont ramenées aux conditions standards de température et de pression.



**Figure III.5** : dispositif permettant la mesure du biogaz et du CH<sub>4</sub>

### III.2.7 Composition de la solution nutritive :

Dans le but d'éviter le déficit en nutriments et en élément trace durant le déroulement du test de la biodégradabilité, une solution contenant des concentrations variables de ces derniers a été ajoutée à chaque réacteur. Les concentrations sont représentées dans le tableau ci-dessous.

**Tableau III.2** : Composition de la solution en nutriments et éléments traces. [34]

Nutriments et éléments trace	Concentration (g/l)
<b>KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub></b>	<b>0.135</b>
<b>K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub></b>	<b>0.56</b>
<b>NH<sub>4</sub>Cl</b>	<b>0.265</b>
<b>MgCl<sub>2</sub> .6H<sub>2</sub>O</b>	<b>0.05</b>
<b>CaCl<sub>2</sub> .2H<sub>2</sub>O</b>	<b>0.0375</b>
<b>FeCl<sub>3</sub> .6H<sub>2</sub>O</b>	<b>0.01</b>



### III. 3 Méthodes et analyses :

#### III.3.1 Dosage des Matières sèches (TS) et des matières volatiles (TVS) :

La détermination des différentes fractions de la matière est réalisée par pesées et séchages des Boues secondaires et du substrat, selon la méthode normalisée (APHA,1998) [34]. Les matières sèches (TS) correspondent à la matière résiduelle obtenue après une étape de séchage à 105°C. Après homogénéisation, une quantité de boue ou de substrat est introduite dans une capsule en porcelaine propre préalablement séchée. Ensuite, sont mise dans une étuve à 105°C pendant 24h, puis refroidi dans un dessiccateur et pesé pour obtenir les TS.

Le calcul des TS, en g.kg<sup>-1</sup> ou g /l, s'obtient selon la relation :

$$\text{TS} \left( \frac{\text{g(TS)}}{\text{l}} \right) = \frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \times 1000$$

Avec :

- **M<sub>0</sub>** : la masse de la capsule vide.
- **M<sub>1</sub>** : la masse de la capsule remplie de l'échantillon.
- **M<sub>2</sub>** : la masse de la capsule et du résidu sec après séchage.

Après avoir pesé et mesuré les TS, la capsule est mise au four à 550°C pendant 2 heures.

Puis, il est refroidi et pesé pour obtenir les matières minérales(MM). Ainsi, la Différence entre les TS et les MM correspond aux matières volatiles (MV). Les MV sont Assimilés à la matière organique.

Le calcul des TVS, en pourcentage de la matière sèche, s'obtient selon la relation suivante, est alors possible d'exprimer le contenu de MV en g/L

$$\text{TVS} \left( \frac{\text{g(TVS)}}{\text{l}} \right) = \frac{(M_2 - M_0) - (M_3 - M_0)}{(M_1 - M_0)} \times 1000$$

Avec :

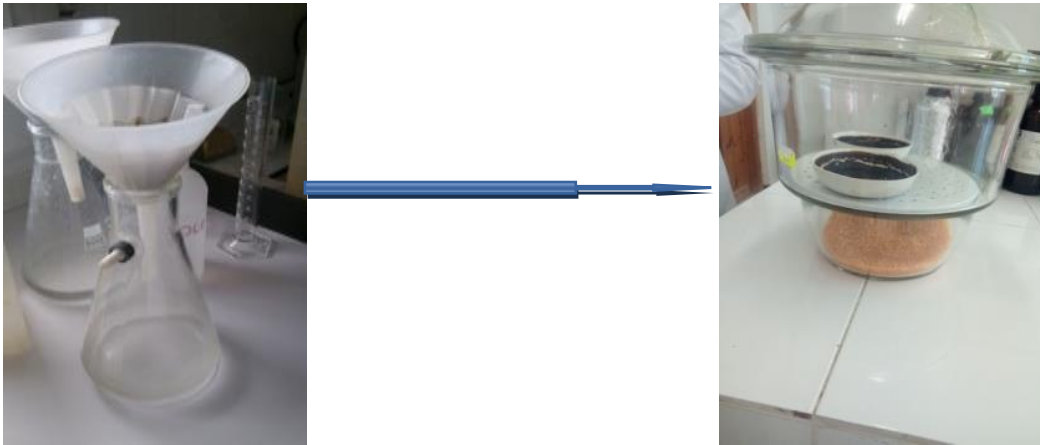
- **M<sub>0</sub>** : la masse, en gramme, de la capsule vide.
- **M<sub>1</sub>** : la masse, en gramme, de la capsule remplie de l'échantillon.
- **M<sub>2</sub>** : la masse en gramme de la capsule et du résidu sec après séchage.
- **M<sub>3</sub>** : la masse de la capsule et du résidu de calcination.
- 

#### III.3.2 Matières en suspension MES :

On obtient les matières en suspension par une méthode de filtration.

Un volume d'échantillon de 100ml est filtré à travers un papier filtre rincé et séché à 105°C. Les matières retenues sur le filtre  $m_0$  sont séchées à 105°C puis pesées avec le filtre soit  $m_1$ . La masse de matières en suspension est obtenue en faisant la différence entre la masse du filtre incluant les résidus séchés et la masse initiale du filtre. On calcule la concentration de MES en utilisant la formule ci-dessous :

$$MES \left( \frac{mg}{l} \right) = \frac{(m_1 - m_0)}{V} \times 1000$$



**Figure III.6:** les différentes étapes pour la détermination de MES.

Après avoir pesé et mesuré les MES, le papier filtre contenant les MES est mis au four à 550°C pendant 2 heures. Après refroidissement le résidu est pesé et nous donne la concentration de la matière minérale MM.

On calcule ainsi la concentration des MVS en utilisant la formule ci-dessous :

$$MVS \left( \frac{mg}{l} \right) = MES - MM$$

### III.3.3 Dosage du TA et TAC :

L'alcalinité partielle (TA) et l'alcalinité totale (TAC) sont mesurées manuellement par ajout d'une solution titrée acide en présence d'un pH-mètre. Le pH d'un échantillon de Volume  $V_e$  est relevé. Le volume  $V_1$  correspond au volume d'acide (de l'acide chlorhydrique à 0,01 mol/l) nécessaire pour atteindre une valeur de pH = 6. On ajoute ensuite un volume supplémentaire d'acide  $V_2$  jusqu'à atteindre une valeur pH = 4. Le TA et le (TAC sont calculés à partir de ces mesures. Les résultats sont exprimés en  $mgCaCO_3/l$ .

$$Alcalinité = \frac{\text{volumedeHCL}(ml) \times \text{normalitéde HCl}(0.01N) \times 50000}{\text{Volumedel'échantillon}(25ml)}$$



**Figure III. 7 :** Appareillage de mesure de TA et TAC

#### **III.3.4 Détermination de la demande chimique en oxygène :**

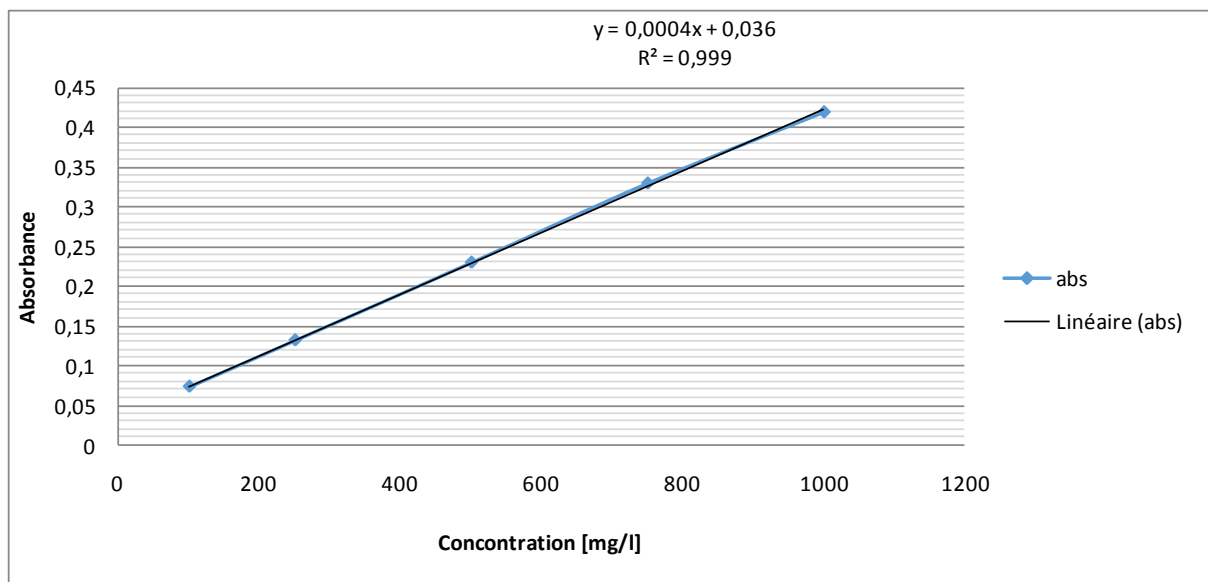
La DCO a été déterminée par une oxydation d'un échantillon de 2 ml pendant 2 heures à 148°C dans 3ml d'une solution d'acide composée de 0,66 g de AgSO. Dans 100ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de 1ml de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 8.33mol/ et 0.04g de HgSO<sub>4</sub>, L'absorbance de la solution a ensuite été comparée à une courbe d'étalonnage obtenue à partir d'une solution mère KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> entre 100 et 1000 mg/l de DCO. L'échantillon de 2 ml était dilué suffisamment pour atteindre une concentration finale dans cette plage de DCO (1000mg/l). La lecture de l'absorbance a été effectuée avec un spectrophotomètre à une longueur d'ondes égale à 600 nm (voir figureIII.10) deux types de DCO ont été mesurés :la DCO totale, la DCO soluble, pour laquelle un échantillon de 1mL était filtré avec papier-filtre millipore 0.45, La DCO totale inclut donc les matières solides et, la matière soluble dans le surnagent.

#### **Expression des résultats**

La DCO se détermine à partir d'une droite d'étalonnage

Concentration (mg/l)	Absorbance
1000	0.42
750	0.33
500	0.23
250	0.13
100	0.07

Ces résultats nous mènent à tracer la courbe suivante :



**Figure III.8 :** Courbe d'étalonnage de la DCO



Figure III.9 : L'appareil qui mesure la DCO.



Figure III.10 : Les pectrophotomètre

### III.3.5 Détermination de la composition du biogaz : [35]

Le biogaz produit par chaque bouteille est mesuré quotidiennement à l'aide du dispositif qui sert à mesurer la quantité de biogaz. Voir (Figure III.4) la composition du CH<sub>4</sub> dans le biogaz est déterminée ainsi :

- À l'aide d'une seringue, on prend un certain volume du biogaz produit par l'une des bouteilles on le note (V<sub>1</sub>) qu'on injecte dans une autre bouteille qui contient 20 g/L de la solution de KOH.
- Puis on agite cette dernière manuellement de 3 à 4 minutes pour que tout le CO<sub>2</sub> soit absorbé par la solution de KOH.
- Ensuite on mesure le CH<sub>4</sub> contenant dans la bouteille de KOH et on note le volume (V<sub>2</sub>). Le rapport V<sub>2</sub>/V<sub>1</sub> nous donne la composition du CH<sub>4</sub> dans le biogaz.

La relation qui permet le calcul de la composition du CH<sub>4</sub> s'écrit comme suit :

$$\text{La composition \%} = \frac{V_2}{V_1} \times 100$$



**Figure III.11** : Bouteille pour la mesure la composition

# Chapitre IV

## Résultats et discussions

## Chapitre IV

### Résultats et discussions

#### IV.1 Introduction :

Ce chapitre explore les résultats expérimentaux au regard de la solubilité de trois margines issues de trois wilaya d'Algérie (Jijel, Bejaia, Mila) et de déduire par la suite leurs productions en biogaz et en méthane en phase mésophile (37°C) et en phase thermophile (55°C).

#### IV.2 Méthodologie :

##### ➤ Solubilité

La solubilité à été déterminée en effectuant les rapports des paramètres (MES /MS), (TVS/TS) le ratio de la DCO ( $DCO_S/DCO_T$ ) pour chaque margines d'olives.

##### ➤ Biodégradabilité

Pour un même échantillon, le test d'incubation comprend une série de batch contenant un ratio inoculum sur substrat ( $I/S=1$ ). Chaque batch est doublé et les résultats sont moyennés sur les deux mesures. Durant toute la période de la digestion, la quantité du biogaz et celle du méthane produita été déterminée tous les jours. L'expérience se poursuit jusqu'à observation d'une production en biogaz et méthane nul (44jours).

#### IV.3 Etude comparative de solubilisation des trois margines avant incubation :

D'après le tableau IV.1, les résultats d'analyses physicochimiques réalisées sur les trois margines, montrent que le pourcentage de TVS varie entre 89.77% et 95%. Ce qui favorise l'utilisation des procédés biologique comme méthode de traitement.



Tableau IV.1: caractéristiques physicochimiques des trois margines

Echantillons	Margine Jijel C <sub>1</sub>	Margine Bejaia C <sub>2</sub>	Margine Mila C <sub>3</sub>
<b>pH</b>	4.16	4.7	6.99
<b>TS (g/l)</b>	111.77	250.65	143.91
<b>TVS (g/l)</b>	100.34	245.85	137.39
<b>TVS (%)</b>	89.77	98.08	95.46
<b>MES (g/l)</b>	40.25	125.48	133.69
<b>MVS (g/l)</b>	39.87	124.64	133.25
<b>TA (pH=6(mg/l CaCO<sub>3</sub>))</b>	0	224	0
<b>TAC (pH=4(mg/l CaCO<sub>3</sub>))</b>	662.2	654	68
<b>DCOs (gO<sub>2</sub>/l)</b>	102.56	76.92	39.74
<b>DCO<sub>t</sub> (gO<sub>2</sub>/l)</b>	115.38	89.74	94.87

## IV.3.1 Evolution du pH :

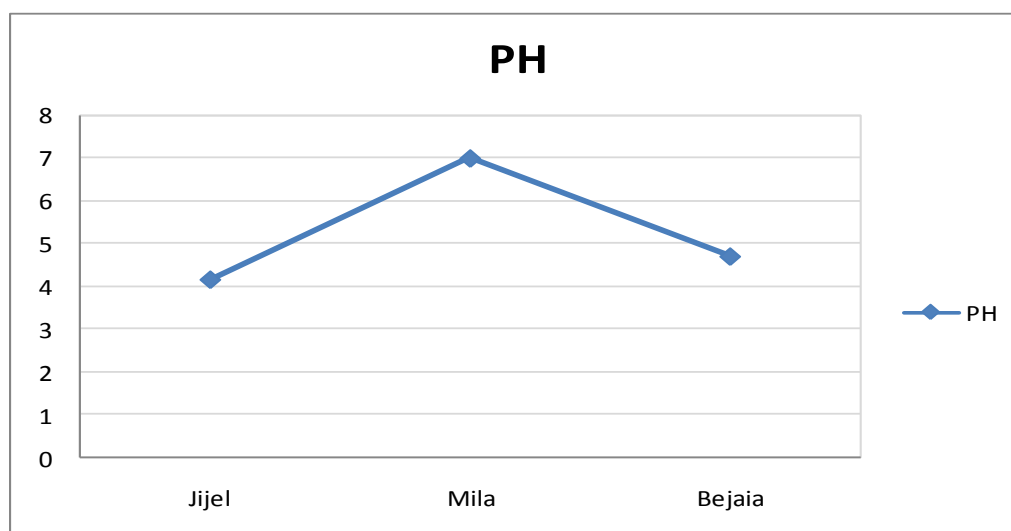


Figure IV.1 : Evolution du pH des trois margines.

Comme présenté sur la Figure IV.1 le pH de la margine de Jijel et de Bejaia se situe aux alentours du pH= 4 C'est un pH acide ne favorise pas la digestion anaérobie. Par contre le pH de la margine de Mila reste dans la gamme du pH neutre.

#### IV.3.2 alcalinité TA et TAC :

**Tableau IV.2:** Evaluation du TA et TAC

Echantillons	Margine Jijel C <sub>1</sub>	Margine Bejaia C <sub>2</sub>	Margine Mila C <sub>3</sub>
TA <sub>pH=6</sub> (mgCaCO <sub>3</sub> /l)	0	224	0
TAC à pH=4(mgCaCO <sub>3</sub> /l)	662.2	654	68
AGV	662.2	430	68

Les mesures de l'alcalinité (**TA<sub>pH=6</sub>**) et **TAC<sub>pH=4</sub>**), les AGV Totaux sont des paramètres de contrôle de la stabilité de la digestion anaérobie.

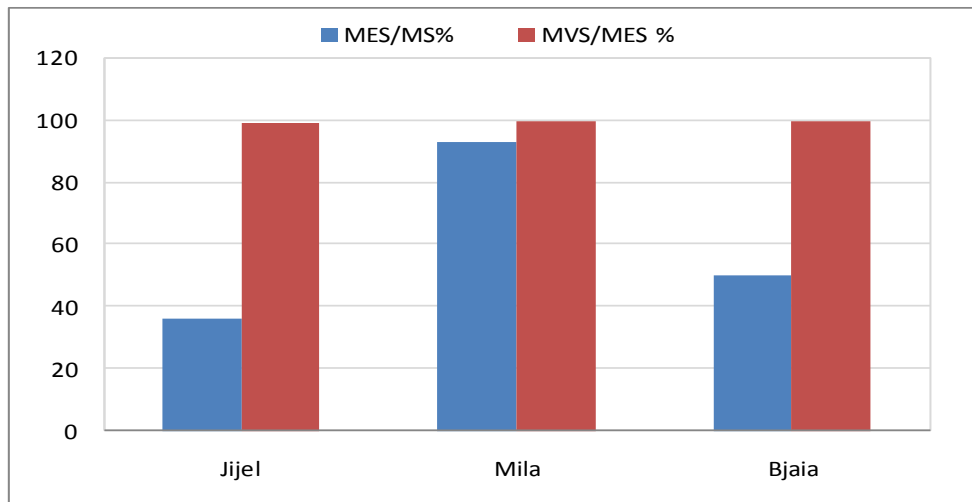
Selon les résultats du tableau IV.2 L'alcalinité (**TA<sub>pH=6</sub>**) varie entre 0 et 224mgCaCO<sub>3</sub>/l et celle à (**TAC<sub>pH=4</sub>**) varie entre 68 à 662.2mgCaCO<sub>3</sub>/l

Notant que pour assurer un fonctionnement optimal de la digestion il est recommandé que l'alcalinité soit comprise entre 1000 et 3000 mg/l de CaCO<sub>3</sub>.

#### IV.3.3 La solubilisation des trois marges en terme du rapport MES/MS et MVS/MES :

**Tableau IV.3 :** Evolution de MES, MVS, MES/MS et MVS/MES

Échantillons	Margine Jijel C <sub>1</sub>	Margine Bejaia C <sub>2</sub>	Margine Mila C <sub>3</sub>
MS (g/L)	111.77	250.65	143.91
MES (g/L)	40.25	125.48	133.69
MVS (g/L)	39.87	124.64	133.25
MES/MS(%)	36.01	50.06	92.89
MVS/MES(%)	99.07	99.33	99.67



**Figure IV.2 :** Evaluation de rapport de MES/MS (%) et MVS/MES (%)

Le rapport MES/MS est un paramètre très important pour comparer la solubilisation de la matière solide pour les margine testé.

Les résultats du tableau IV.3montrent que ce rapport est plus important pour la margine de Mila suivi de celle de Bejaia et de Jijel ceci peut être expliqué par le fait que la quantité de matière contenue dans le surnageant (matière soluble) de la margine de Jijel est en plus grande quantité que celui de Bejaia et de Mila successivement.

Le rapport MVS/MES est de même ordre de grondeur pour les trois margine testé et correspond 99%.

#### IV.3.4 La solubilisation de la margine en terme de DCO :

Le tableau IV.4 résume les résultats obtenus en termes de solubilisation de la DCO Evolution du ratio DCOs/DCOt pour chaque durée de traitement.

**Tableau IV.4 :** Evolution du DCO soluble et DCOtotale

Échantillons	Margine Jijel C <sub>1</sub>	Margine Bejaia C <sub>2</sub>	Margine Mila C <sub>3</sub>
DCO <sub>t</sub> (gO <sub>2</sub> /l)	115.38	89.74	94.87
DCOs (gO <sub>2</sub> /l)	102.56	76.92	39.4
Ratio (%) DCOs /DCOt	88.88	85.71	41.89

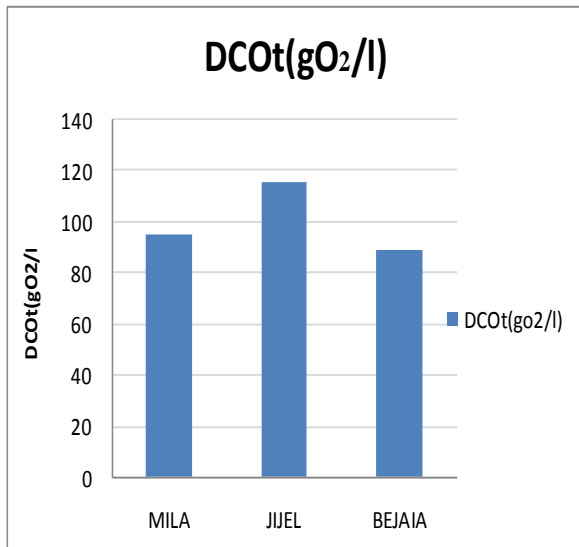


Figure IV.3 : Evolution de la DCO totale en fonction de trois margines

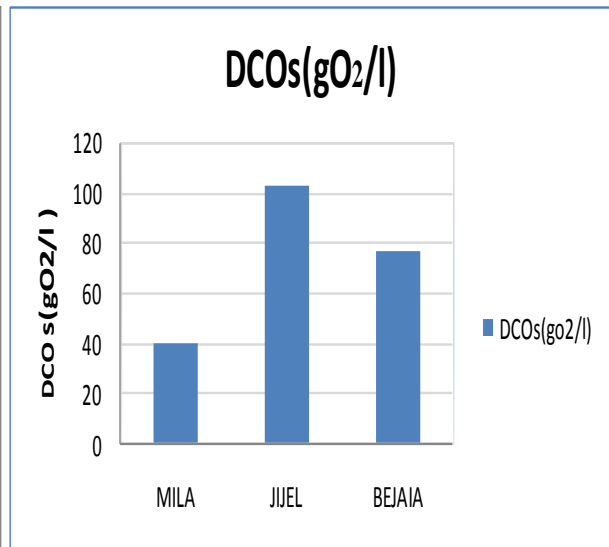


Figure IV.4 : Evolution de la DCO soluble fonction de trois margines

➤ **DCO TOTALE et SOLUBLE :**

D’après les figures IV.3 et IV.4 : la DCO totale de la marge de Jijel est plus importante que celle de Bejaia et de Mila. Du point de vu DCO soluble elle est importante pour la marge de Jijel.

Afin de comparer les résultats des trois margines utilisées, il était préférable d’introduire le ratio DCOs/DCOt qui reflète le transfert de la phase particulaire vers la phase.

$$\text{Ratio} = \frac{\text{DCOs}}{\text{DCOt}} * 100$$

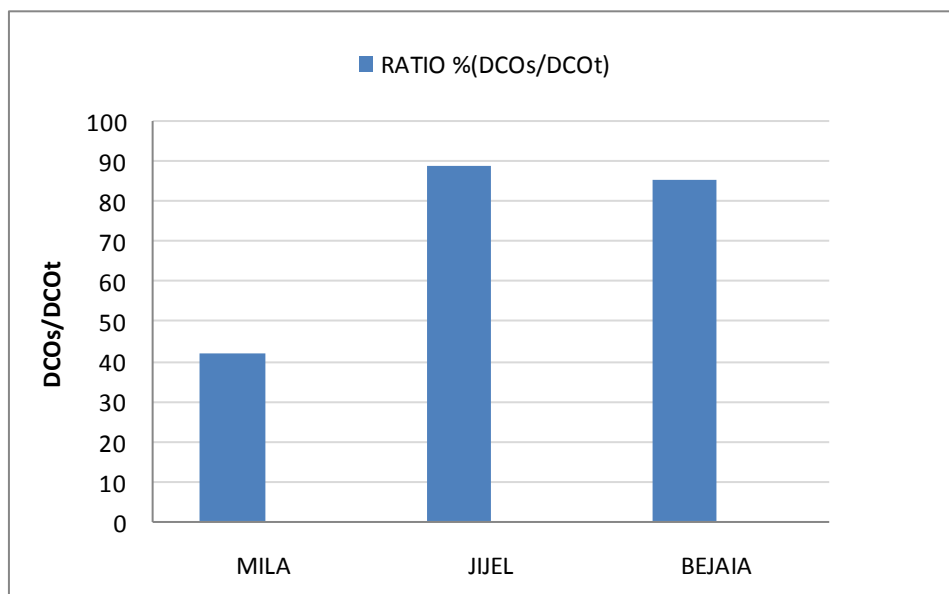


Figure IV.5 : Evolution du ratio DCOs/DCOt pour les trois margines

La figure IV.5 représente l'évolution du ratio DCOs/DCOt pour les trois margines, on note que la fraction soluble de la margine de Jijel est plus élevée que la fraction soluble de la margine de Mila et de Bejaia et atteint 88,88%.

### IV3.5 Conclusion de la solubilisation :

D'après ce qu'on a obtenu, on remarque que la solubilisation apparaît avec une grande quantité pour la margine de Jijel environ 88,88%. Ceci nous permet de prévoir que la meilleure production en biogaz sera avec la margine de Jijel.

## IV.4 Résultat de la phase gazeuse « production du biogaz et du méthane »

### IV.4.1 phase mésophile

#### IV.4.1.1 Variation du volume spécifique cumulé total du biogaz et du méthane produit :

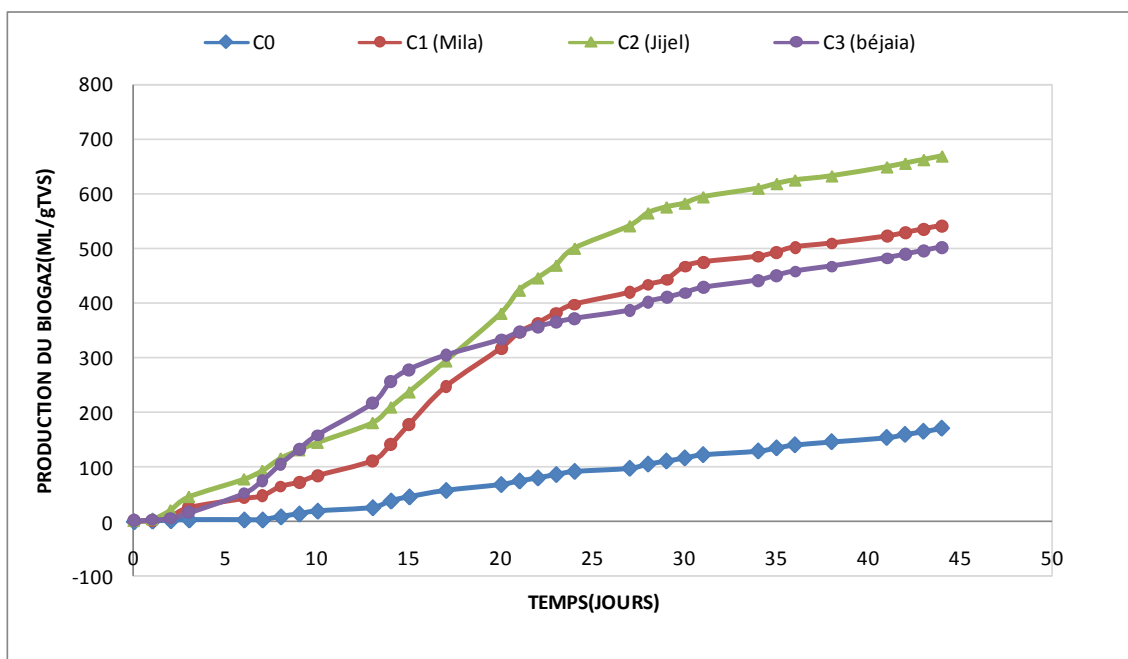
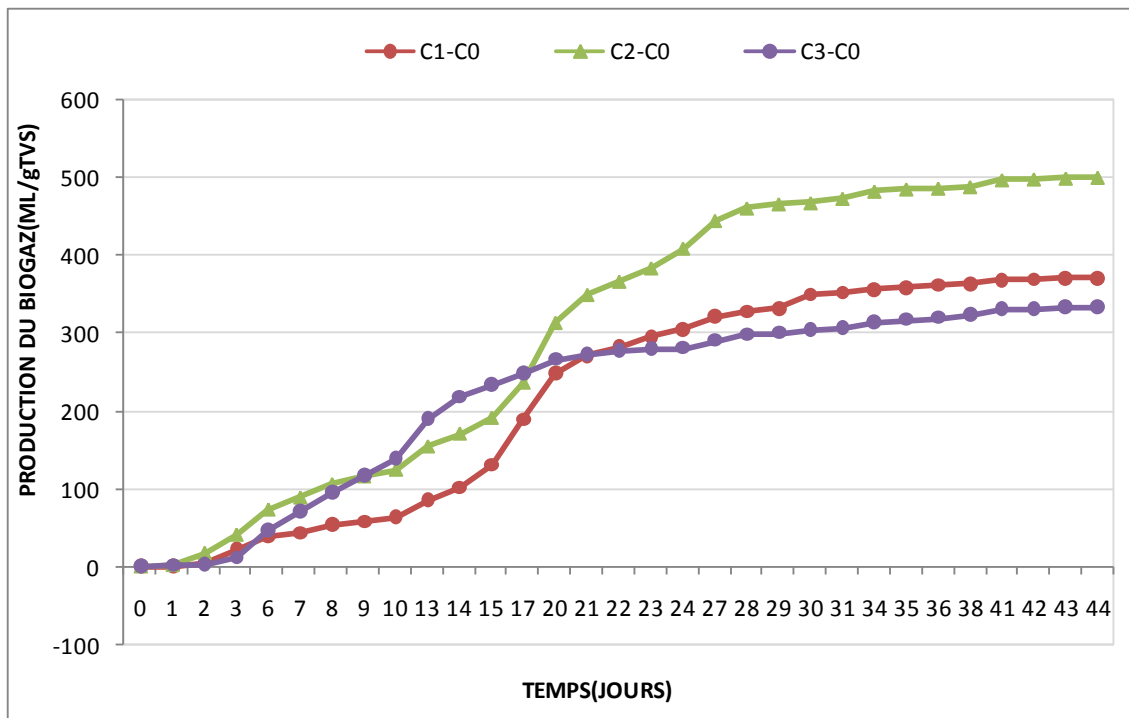


Figure IV.6 : Production de biogaz par le mélange (margine+ boue)



**Figure IV.7 :** Production de biogaz net par les trois margines

La **Figure IV.6:** représente la variation du volume cumulé total en biogaz produit, en phase mésophile lors de la biodégradation d'un mélange de rapport ( $I/S=1$ ), constitué de boue issu du bassin secondaire de la station d'épuration D'OUED EL ATHMANIA (inoculum) et de trois margines d'olives issu de trois régions de l'est algériens Jijel, Bejaia et Mila, afin de comparer leurs rendements en biogaz **après avoir confirmé dans le paragraphe précédent que la marge de Jijel était plus soluble.**

La **Figure IV.7 :** représente la variation du volume cumulé total en biogaz net produit en phase mésophile en éliminant l'effet de la biodégradabilité de l'inoculum.

Durant un temps de séjour de 44 jours, la quantité de biogaz produite est de l'ordre de 333.28ml/gTVS, 371,74ml/gTVS et 499.72ml/gTVS successivement pour les tests de margines de Bejaia, Mila et Jijel. Les courbes de production de biogaz suivent une forme non linéaire et on peut la partager en trois phases.

**1- Phase de latence :** Ou phase d'adaptation durant laquelle la production en biogaz était très faible pour les trois tests de margines. On observe que cette phase pour les trois margines était très courte et elle est comprise entre 1 jusqu'à 5 jours.

**2- Phase exponentielle :** qui débute du 5<sup>ème</sup> jour jusqu'au 17<sup>ème</sup> jour

C'est la phase méthanogène qui se met en place à partir de laquelle les conditions de production du biogaz sont atteintes, ce qui permet de comptabiliser les quantités de biogaz les plus importantes.

Elle débute du 5<sup>ème</sup> jour au 17<sup>ème</sup> jour pour les deux margine Jijel et Bejaia et s'étale jusqu'au 27<sup>ème</sup> jour pour la margine de Mila.

Si on compare les courbes de production des trois tests de margines on remarque que la margine de Jijel donne le meilleur rendement en biogaz suivi de la margine de Mila vient en dernier la margine de Bejaia qui n'est pas loin du rendement de la margine de Jijel.

Leurs rendements atteignent une production 333.28ml/gTVS, 371,74ml/gTVS et 499.72ml/gTVS successivement pour les tests de margines de Bejaia, Mila et Jijel.

**3-Phase de palier :** c'est à partir de cette phase que la production en biogaz devient lente sous l'effet de l'épuisement du substrat qui constitue la source nutritive et énergétique de la flore microbiologique et particulièrement la flore méthanogène qui est directement responsable de la production du biogaz.

#### IV.4. 1.2 Variation du volume cumulé en CH4 :

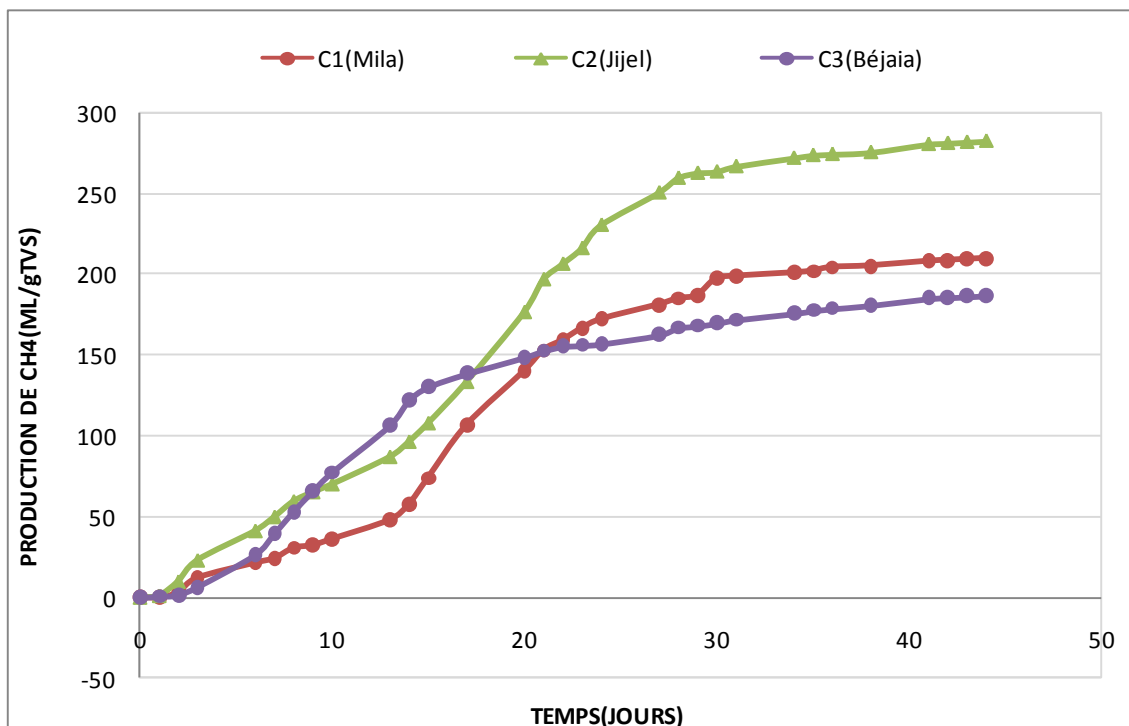
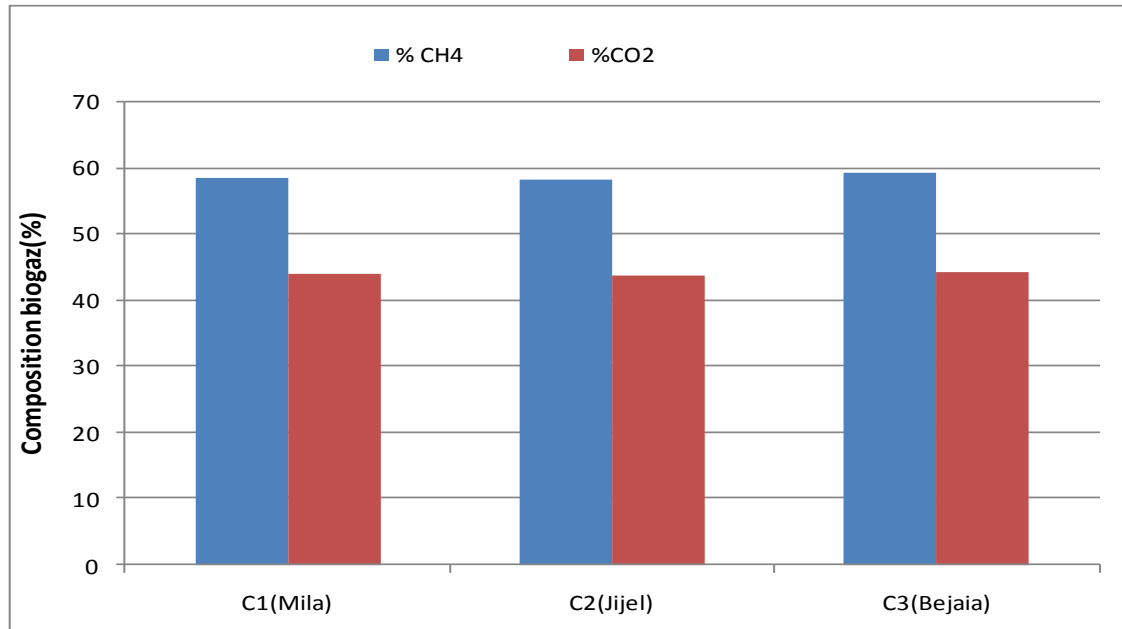


Figure IV.8 : Volume cumulé spécifique en Méthane

La figure IV .8, illustre la composition du méthane en volume cumulé produit durant 44 jours d'incubation en phase mésophile pour les trois margine testées.

Nous remarquons que les meilleures productions en CH<sub>4</sub> sont successivement pour le teste C2 (Margine de Jijel), C1 (Margine de Mila) et C3 (Margine de Bejaia).



**Figure IV.9:** Composition en Méthane et en CO<sub>2</sub>

D'après la Figure IV.9 la composition en CH<sub>4</sub> atteint un pourcentage de 60% pour la margine de Bejaïa et pour margines (Mila et Jijel) le pourcentage est de l'ordre de 58%.

#### **IV.4.2 Conclusion de la biodégradabilité :**

La cinétique de production de méthane est meilleur pour la margine d'olives de Jijel

Du point de vu composition la margine d'olives de Bejaia dépasse légèrement la margine d'olives de Jijel.

#### **IV.4.3 Résultat de la phase liquide après incubation :**



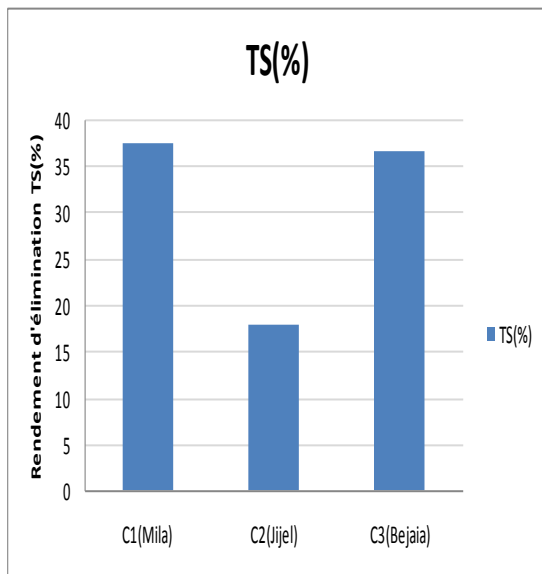
Tableau IV.5 : Caractéristique de la phase liquide après incubation en phase mésophile

	Paramètres de Traitement	pH	TA	TAC	TS	TVS	DCOt	DCOs	TVS(%)
		/	mgCaCO <sub>3</sub> /L	mgCaCO <sub>3</sub> /L	(g/L)	(g/L)	(gO <sub>2</sub> /L)	(gO <sub>2</sub> /L)	/
Avant Incubation	C0(Boues)	7.11	7.09	17.76	8.10	4.81	20.51	19.82	59.44
	C1(Mila)	7.25	0	8.68	11.46	8.02	22.72	20.75	69.98
	C2(Jijel)	7.35	0	42.41	14.06	10.17	26.66	25.29	72.28
	C3(Bejaia)	7.25	0	22.35	13.95	10.55	22.60	21.62	75.63
Après Incubation	C0(Boues)	6.86	80	500	6.48	3.31	10.76	8.07	51.08
	C1(Mila)	6.81	98	660	7.14	3.99	7.3	4.61	55.87
	C2(Jijel)	6.97	182	1000	11.53	7.82	12.3	8.46	67.86
	C3(Bejaia)	6.87	104	790	8.83	5.47	12.69	10.76	61.99

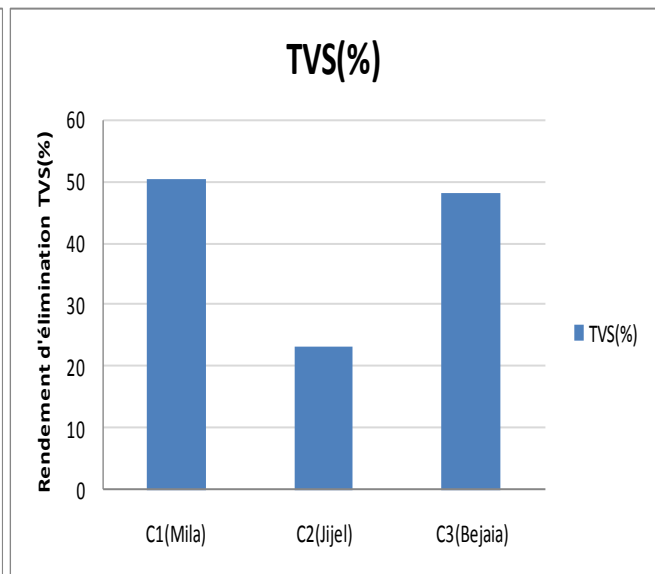
#### IV.4.3.1 pH et alcalinité :

Le pH après la durée d'incubation est aux alentours de la valeur de 6.85, c'est un pH proche de la neutralité, avec une alcalinité ne dépassant pas 1000 mgCaCO<sub>3</sub>/. Le système était stable durant la période de la digestion pour les trois margines considérée.

#### IV.4.3.2 Le rendement d'élimination de TS et de TVS :



**Figure IV.10 :** Variation du rendement d'élimination TS

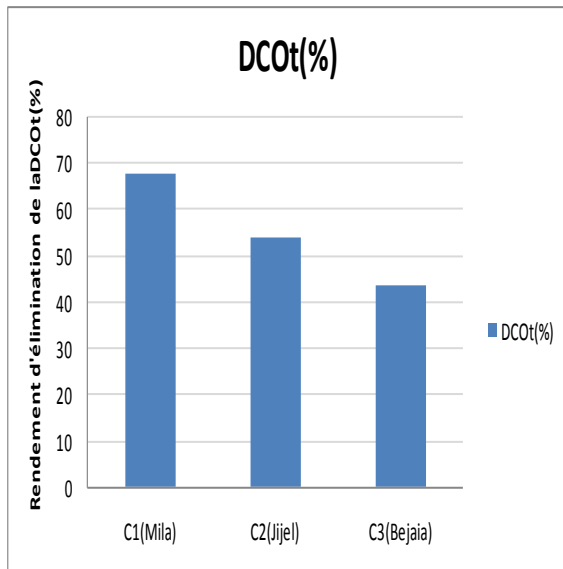


**Figure IV.11:** Variation du rendement d'élimination TVS

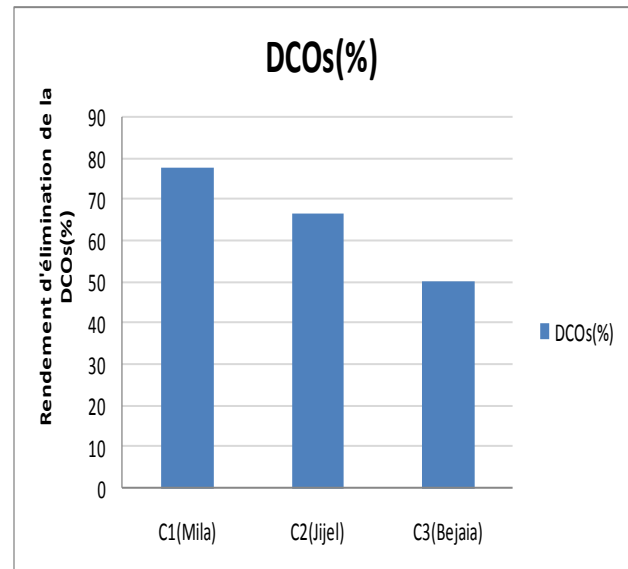
Le tableau IV.5 montre que les valeurs initiales en TS et TVS diminuent entre le début et la fin d'incubation avec un rendement en TS selon la figure IV.11 de 37.72%, 36.72% et 18.04% respectivement pour les margines de Mila, de Bejaia et de Jijel.

Le rendement d'élimination en TVS atteint la valeur de 50.27% pour la marge de Mila.

#### IV.4.3.3 Rendement d'élimination de la DCO soluble et de la DCO totale :



**Figure IV.12:** Rendement d'élimination de la DCO



**Figure IV.13 :** Rendement d'élimination de la DCO soluble

D'après les valeurs présentées dans le (tableau IV.5), on constate qu'il y a eu un abattement considérable en DCO totale et soluble par rapport à ceux obtenus avant la digestion.

Le rendement d'élimination est conséquent pour la marge de Mila aussi bien pour la DCO totale que pour la DCO soluble et atteint un pourcentage d'élimination égale à 67.86% pour la DCO totale (figure IV.13) et 77.78% pour la DCO soluble (figure IV.14).

#### IV.5 Phase thermophile :

##### IV.5.1 Variation du volume spécifique cumulé total du biogaz et du méthane produit :

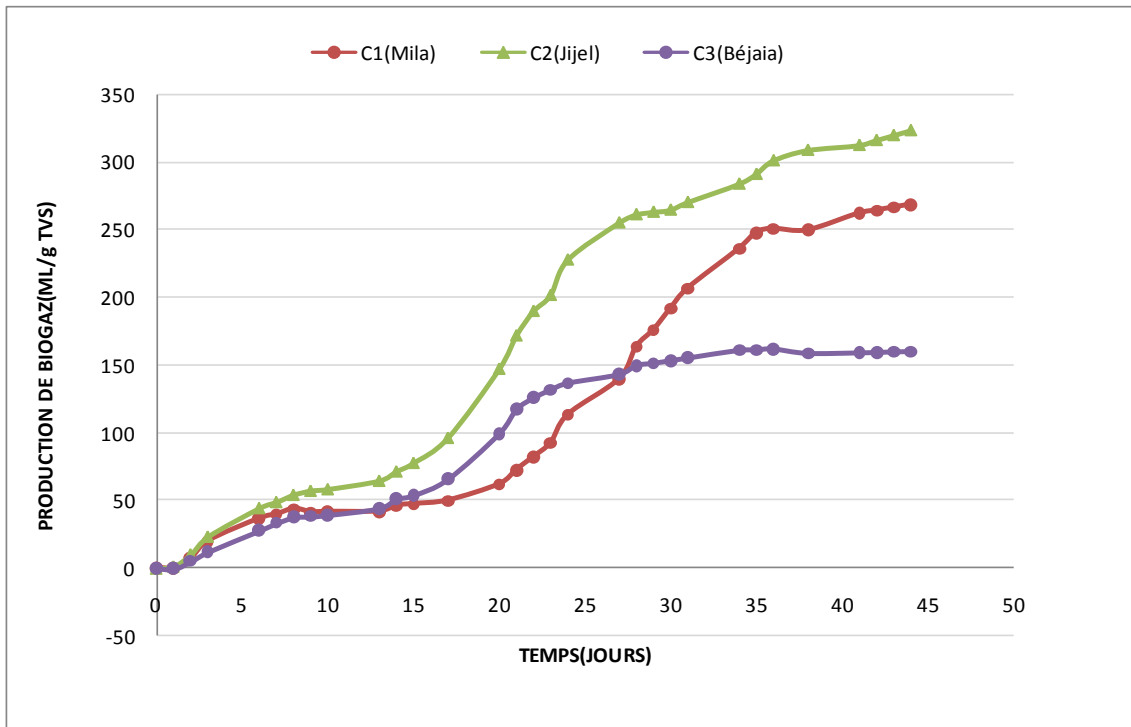


Figure IV.14 : Production de biogaz du mélanges (margines +inoculum).

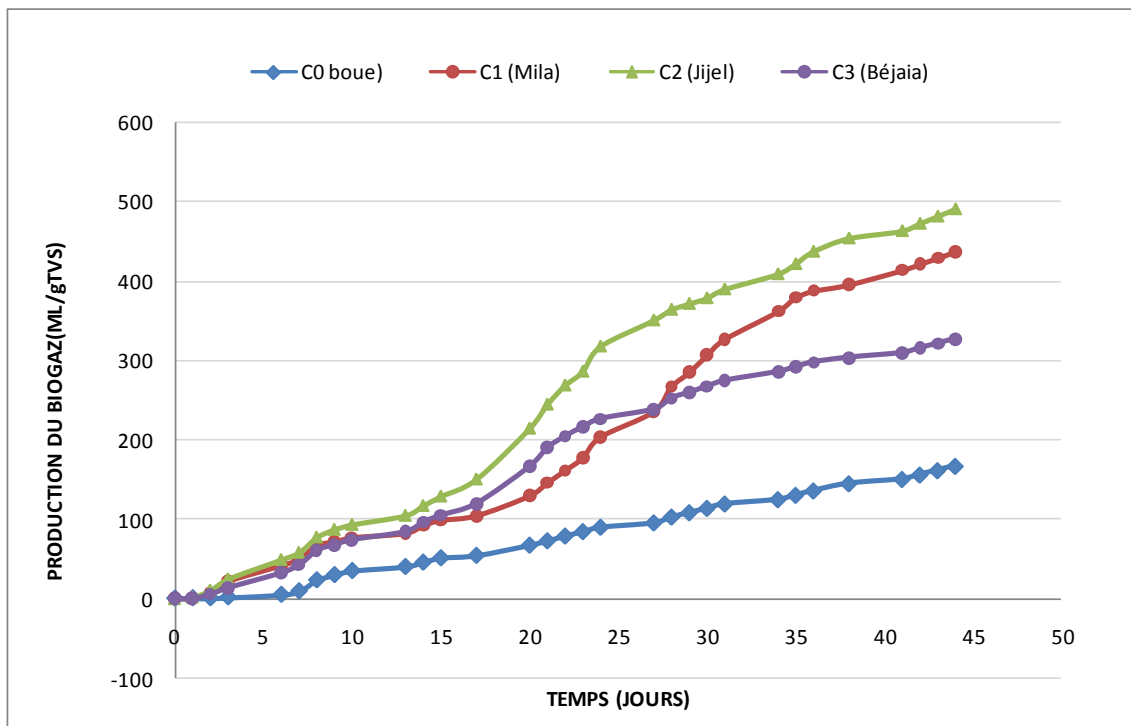


Figure IV.15 : Production de biogaz net des trois margines.

La figure IV.14 représente le volume spécifique cumulé biogaz du mélange (margines +inoculum).

La figure IV.15 représente le volume spécifique cumulé total en biogaz produit du substrat. On observe que les trois courbes débutent par une phase de latence jusqu'à l'apparition de la phase plateau, les cinétiques de productions du biogaz sont variables.

Il semble que La margine d'olives de Jijel favorise mieux la digestion car sa production en biogaz est importante par rapport aux deux autres margines.

#### IV.5.1.1 Variation du volume cumulé en CH<sub>4</sub> :

La figure IV.16 qui représente le volume cumulé en méthane dans le biogaz. Elle montre que la meilleure production correspond à la margine de Jijel et Mila avec une production presque de 200ml/gTVS.

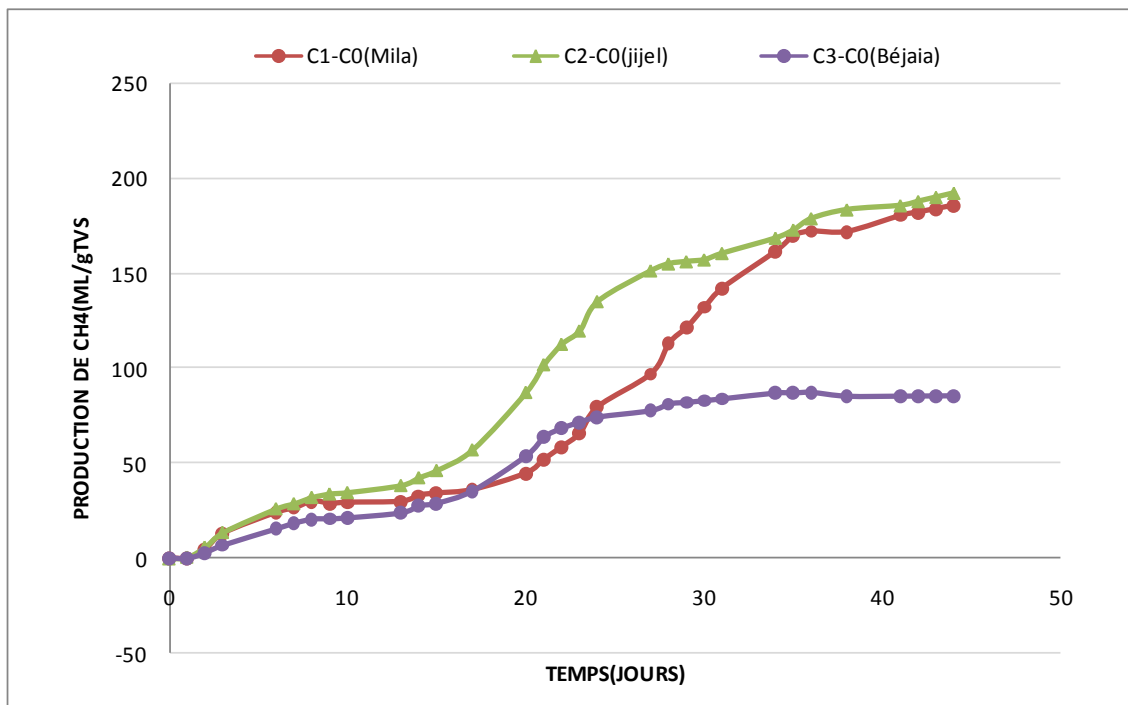
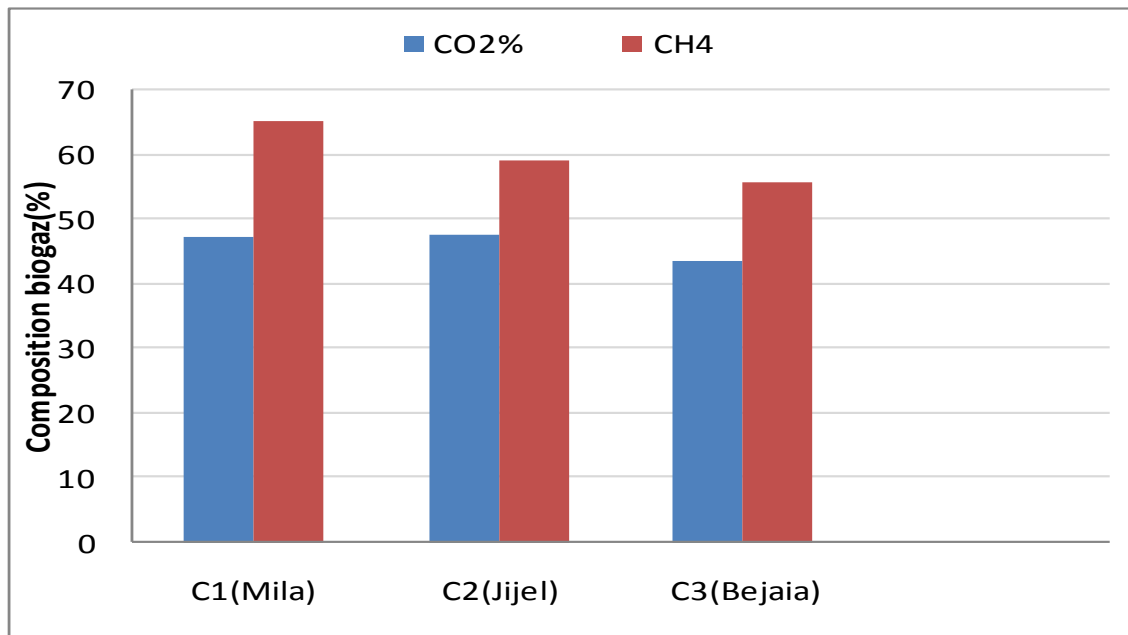


Figure IV.16 : Volume spécifique cumulé du Méthane



**Figure IV.17** : Composition en Méthane et en CO<sub>2</sub>

La Figure IV.17 illustre la composition du méthane et de dioxyde de carbone en volume cumulé produit durant la durée d'incubation en phase thermophile pour les trois margine testées. Ce paramètre est très important pour le contrôle et la surveillance du digesteur. En effet une production conséquente en méthane reflète le bon fonctionnement de ce dernier. Nous remarquons que la meilleure composition en CH<sub>4</sub> est successivement pour le test C1 (Mila)= 64,83%, C2(Jijel)= 58,96%, C3(Bejaia)= 55,56%.

#### **IV.5.2 Conclusion de la biodégradabilité :**

L'effet de la biodégradabilité est en faveur de la margine de Jijel.

#### **IV.5.3 Résultat de la phase liquide après incubation :**

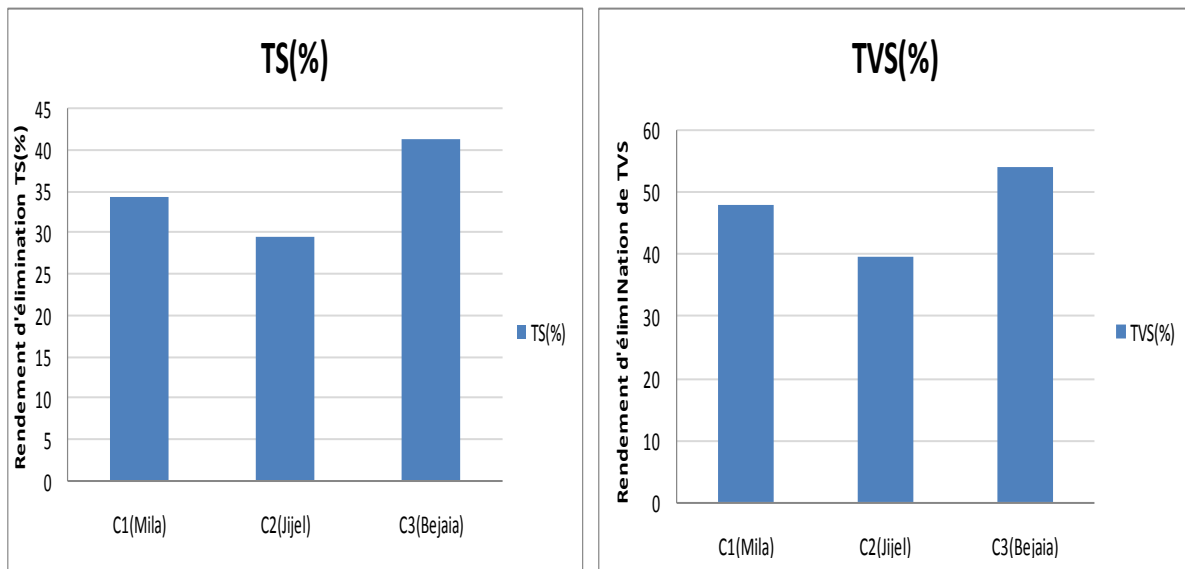
Le tableau IV.6: Caractéristique de la phase liquide après incubation en phase en thermophile

	Paramètres de Traitement	Ph	TA	TAC	TS	TVS	DCOt	DCOs	TVS
		/	mgCaCO <sub>3</sub> /L	mgCaCO <sub>3</sub> /L	(g/L)	(g/L)	(gO <sub>2</sub> /L)	(gO <sub>2</sub> /L)	(%)
Avant Incubation	C0(Boue)	7.02	7.18	17.98	8.20	4.87	20.76	20.07	59.44
	C1(Mila)	7.25	0	20.02	12.52	9.00	23.61	21.26	71.85
	C2(Jijel)	7.23	0	40.29	13.79	9.89	26.53	25.20	71.72
	C3(Bejaia)	7.12	0	26.80	15.72	12.25	23.46	22.38	77.91
Après Incubation	C0(Boue)	7.06	220	560	6.37	3.3	5.38	2.82	51.80
	C1(Mila)	7.22	244	1020	8.22	4.67	8.46	1.79	56.81
	C2(Jijel)	7.19	228	952	9.73	5.95	8.97	8.97	61.15
	C3(Bejaia)	7.13	195	804	9.2	5.62	7.69	7.43	61.08

### V.5.3.1 pH et alcalinité se thermophile :

Les paramètres physico-chimique de la phase thermophile sont présenté dans le tableau IV.6, il montre que le pH est resté constant au début et la fin de l'incubation et garde sa la neutralité.

### IV.5.3.2 Le rendement d'élimination de TS et de TVS :



**Figure IV.18 :** La variation du rendement TS **Figure IV.19:** La variation du rendement TVS

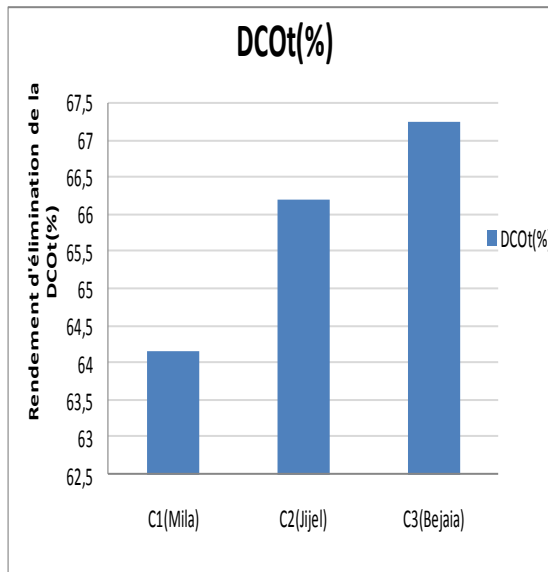
Les Figures IV.18 et IV.19 représentent les rendements des solides totaux ainsi que le solide volatil total pour les trois margine testées.

Les rendements obtenus, des solides totaux, après la durée d'incubation sont de l'ordre de 34.34% à 41.47% ce qui confirme la dégradation de la matière organique considérée avec un pourcentage en matières volatiles variant de 40 % et 55%. Le meilleur rendement de 41.47% en TS et 54.12% en TVS correspondant à la Margine de Bejaia.

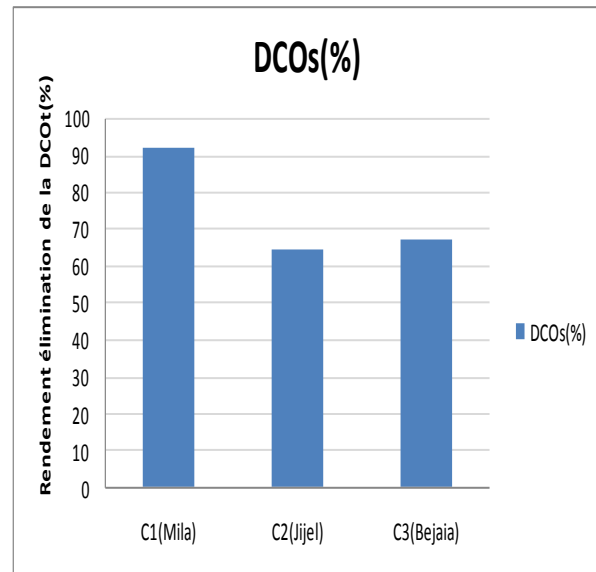
### IV.5.3.3 Rendement d'élimination de la DCO soluble et de la DCO totale :

D'après les valeurs présentées dans le (tableau IV.6), en constate qu'il y a eu un abattement considérable en DCO totale et soluble par rapport à ceux obtenu avant la digestion.





**Figure IV.20:** Rendement élimination de la DCO totale



**Figure IV.21 :** Rendement élimination de la DCO soluble

### Conclusion :

D'après les résultats obtenus, on constate que les trois marges se caractérisent par une bonne solubilisation. Elle est en faveur de la marge de Jijel qui présente et un ratio DCOs/DCOt égale à 88.88.

Ce résultat a été confirmé en phase mésophile et thermophile au cours de l'incubation ou on a remarqué que la marge de Jijel a donné la meilleure production spécifique en biogaz et en méthane de l'ordre de 283ml/gTVS en méthane en phase mésophile et 192.25 ml/gTVS en phase thermophile.

Il semble que la digestion en phase mésophile à donner un meilleur rendement en biogaz contrairement à ce qui a été rapporté par la littérature en suppose que l'acidification a survenu en phase thermophile qui a dû ralentir la digestion.

# Conclusion générale

## **Conclusion générale**

La margine d'olives est une composée riche en matière organique, la digestion anaérobie fonctionnerait parfaitement avec ce substrat. Une comparaison a été réalisée entre trois margines d'olives prélevées de trois régions de notre pays Mila, Jijel et Bejaia. La collecte de leurs échantillons a été réalisée pendant la période de cueillette hivernale (décembre 2018).

Le programme expérimental consiste à étudier leurs solubilités et leurs biodégradabilités par la digestion anaérobie en phase mésophile et thermophile.

Au terme de cette étude, on conclut que les trois margines se caractérisent par une bonne solubilisation. La solubilité de la margine de Jijel présente le meilleur Ratio DCOs/DCOt égale à 88.88%.

Ce résultat a été confirmé en effectuant l'étude de la biodégradabilité par le processus de la digestion anaérobie en phase mésophile et thermophile ou la margine de Jijel a donné la meilleure production spécifique en biogaz et en méthane de l'ordre de 283 ml/gTVS en méthane en phase mésophile et 192.25.ml/gTVS en phase thermophile.

Le rendement d'élimination est conséquent pour la margine de Mila aussi bien pour la DCO total que pour la DCO soluble et atteint un pourcentage d'élimination égale à 67.86% pour la DCO totale et 77.78% pour la DCO soluble, en phase mésophile. Il atteint 90% en DCO soluble en phase thermophile.

Il semble que la digestion en phase mésophile adonné un meilleur rendement en biogaz contrairement à ce qui a été rapporté par la littérature. En suppose que l'acidification a survenue en phase thermophile qui a dû ralentir la digestion.

## **Perspectives**

Les perspectives des travaux à venir visent à aborder certaines hypothèses déduites de ces résultats entre autres :

1. Comparaison entre plusieurs substrats du point de vue solubilité et biodégradabilité, afin d'optimiser le rendement en biogaz.
2. L'influence des paramètres opératoires doivent être approfondie.
3. Possibilité d'extrapoler des résultats en système de digestion continu.

## Références bibliographique

- [1] Kadour. Ilham , L. Imane, Caractérisation microbiologique et biochimique d ' une eau de végétation ( margine )., Mémoire de Master,Larbi Ben M'Hidi Oum El Bouaghi 2018.
- [2] Aggoun-Arhab, Thème Caractérisation de la composition en microconstituants des margines issues de la production oléicole et utilisabilité comme complément dans la ration chez la vache laitière,Thèse de doctorat, Frères Mentouri-Constantine, 2016.
- [3] Azzouni Mohamed Abdelkarim -Benariba Kaddour, Thème Comparaison physico-chimique et organoleptique de quelques hui les d'olives de la région de Tlemcen, Mémoire de Master,UNIVERSITE de TLEMCEN, 2017.
- [4] Medjahdi Nadj , Evaluation du compostage des sous produits tion du compostage des sous produits d'huile d'olive sur le rendement de quelques d'huile d'olive sur le rendement de quelques especes a interet agroalimentaire, Thèse de Doctorat, université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf , 2016.
- [5] Radia. Selaimia, Etude de l'huile d'olive d' Algérie, Thèse de Doctorat, 8 Mai 1945 Guelma, 2018.
- [6] Halah. Aissam, Etude de la biodégradation des effluents des huileries (margines) et leur valorisation par production de l'enzyme tannase,Thèse de Doctorat" SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH, 2003.
- [7] Benrachou Nora, Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien Devan,Thèse de Doctorat, Badji Mokhtar Annaba, 2003.
- [8] Amrane. Faiza. Siham, Effet des margines et du grignon d'olive sur la croissance des rhizobiums,Mémooire de Master" BEJAIA, 2017.
- [9] Aoudi. Abdelhafid, impact du contenu phénolique extrait de margines isses de deux modes de trituration sur la méthanogénese ruminale in vitro, Mémoire de Magister, TEBESSA, 2012.
- [10] Moktar. Hamdi, Nouvelle conception d ' un procédé de dépollution biologique des margines , effluents liquides de . l'extraction de l' huile d' oliv,Thèse de Doctora PROVENCE Aix· Marseille , 1993.
- [11] Amiar.Fatima et Zouaoui.Nassima, Caractristique physique-chimique des margine issues de deux systemes d'extraction, Mémoire de Mastere ,A.MIRA-Bejaia, 2016.
- [12] Ahmade. Naciri, "Valorisation bioénergétique des margine et du lactosérum par des souches de levures thermo tolérantes.,” Mémoire de Master, Biotechnologie microbienne.

- [13] Boudoukhana. Hocine, Impacts des margines sur les eaux de oued BOUCHTATA (wilaya de skikda). soutenu, 20 Août 1955 SKIKDA, 2008.
- [14] Fedila.Ouafa et Tibariou.Sedda, Valorisation de Margine par épandager agricole, Mémoire de M aster,A.MIRA- Bejiaa, 2016.
- [15] Alexi, Mottet. Recherche d'indicateurs de biodégradabilité anaérobie et modélisation de la digestion anaérobie thermophile:Application aux boues secondairesd'épuration non traitées et prétraitées thermiquement. Thèse de doctorat .octobre 2009
- [16] <https://WWW.researchgate.net/publication/284715411>
- [17] Andre, Laura. Etude de verrous scientifiques et technologiques pour la compréhension et technologiques pour la compréhension et l'optimisation du procédé de méthanisation voie sèche discontinu de sous produit d'origine agricole . Thèse doctorat 2016
- [18] Laskri, Nabila, Dépollution des déchets riches en matière organique (boues de station d'épuration et déchets d'abattoir ) par digestion anaérobie : valorisation énergétique et production du méthane . Thèse de Universite Badji Mokhtar -Annaba2016.
- [19] Derbal,Kerroum . Digestion anaerobie des dechets solides mélanges avec les boues de station d'épuration, Thèse de doctorat en sciences en génie de l'environnement. Univerité Mentouri Constantine . 2009
- [20] C. Bougrie. Optimisation du procédé de méthanisation par mise en place d'un co-traitement physico-chimique : Application au gisement de biogaz représenté par les boues d'épuration des eaux usées.Thèse pour obtenir le grade de docteur de l'université Montpellier , Toulouse 2005 .
- [21] MOSS.A.R. Contribution du méthane à l'effet de serre.Pew center on global climate change ,virginia , USA . 1995
- [22] Aouadi Abedlhafid .Impact du contenu phénolique extrait de margines issues de deux modes trituration sur la méthanogènes ruminale invitro .Mémoire ,Université deTebessa 28-05-2012.
- [23] Lacour,Joaneson . Valorisation de résidus agricoles et autres déchets organiques par digestion anaérobie en Haïti .Thèse the doctorat 19 mars 2012
- [24] Joao Alberto Lima Amarante . Bio Méthanisation des déchets putrescibles municipaux-technologies disponibles et enjeux pour le Québec ,En vue de l'obtention du grade de maitre en environnement ( M.Env. ) , Sherbrooke ,Québec , Canada , Juillet 2010

- [25] Boukhemis , Ghaniya .Smaali,Khatima .Amélioration de la digestion anaérobie des rejets laitier par prétraitement mécanique "les ultrason".Mémoire présenté vue de l'obtention du diplôme du master en génie de l'environnement . Université Constantine. 2017-2018 .
- [26] Bani,Kheiredine. Digestion anaérobie des rejets d'une unité de production de lait. Thèse en vue de l'obtention du doctorat en sciences en génie des procédés . Université Constantine, 2016.
- [27] Gourdon ,R.Aide a la definition des dechets dits biodegradables ,fermentescibles ,méthanisables , compostables .Rapport final.Février 2002
- [28] Talhi Maissa , Touil Randa . Amelioration de la digestion anaerobie par un pretraitement thermo-oxydation au H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>..Mémoire présenté vue de l'obtention du diplôme du master en génie de l'environnement . Université Constantine. (2015/2016)
- [29] ALMANO Essam,Bilans énergétiques et environnementaux de filières biogaz .Approche par filière-type , 2011
- [30] SEHEZZOL.,ZEEMAN G ., Lier J.B.V .,Hamelers H.V.M., Letting a G L. aG. The anaerobic treatment of sewage in usab and egsh reactors .Areview : Bioresour technol ., 65 ,PP.175-190. 1998
- [31] Zekri,Hayat . Bouaita , Rokaya .Etude de la digestion anaérobie des épluchures d'orange en phase thermophile : effets des prétraitements par ultrason et H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> .Mémoire présenté vue de l'obtention du diplôme du master en génie del'environnement . école nationale polytechnique de Constantine. 2017
- [32] Hangri Souheila .MENAI Ahlem . Etude expérimentale et modélisation de la Co-digestion des épluchures de pomme terre mélangées avec déchets vert . Mémoire présenté vue de l'obtention du diplôme du master en génie de l'environnement .université Constantine . 2018
- [33] Pierre Buffière.Contribution à l'étude des interactions entre la cinétique biologique, les transferts et l'hydrodynamique dans les procédés intensifs de traitement des eaux usées. Appr oches génériques et applications, Chargé de Recherches laboratoire de Biotechnologie.
- [34] APHA, AWWA, WPCF, , Standard methods for the examination of water and wastewater, twentieth. ed. American Public Health Association, American Water Works Association, Washington, DC (1998).
- [35] Erguder ,E.Guven,G.N.Demirer « Anaerobic Treatment of olive mill wastes in batch reactors » T.H /Departement of Environemental Engineering , middle east technical University , Inonubulvai ,06531 Ankara, Turkey ,Received 20 December 1999 , Received in from 18 May 2000 ,accepted 3 June 2000 .
- [36] Edeline, F. « L'épuration biologique des eaux». Théorie & technologie des réacteurs CEDEBOC Editeur ,Paris ,France 1997..

## Résumé

Le travail de recherche de ce mémoire concerne l'étude de la solubilité et la biodégradabilité de trois margines d'olives de trois régions d'Algérie (Mila, Jijel, Bejaia), en mode anaérobie. Les essais ont été réalisés dans une série de réacteurs de 150ml et 250ml en phase mésophile 37°C et en phase thermophile 55°C.

Les caractéristiques avant incubation de la margine de montre que les trois margine se caractérisent par une bonne solubilisation. La solubilité de la margine de Jijel présente le meilleur ratio DCOs/DCOt égale à 88.88%.

L'étude de la biodégradabilité par le processus de la digestion anaérobie en phase mésophile et thermophile à révéler que la margine de Jijel donne la meilleure production spécifique en biogaz et en méthane de l'ordre de 282ml/gTVS en méthane en phase mésophile et 192.25ml/gTVS en phase thermophile.

**Mots Clés : Margines d'olives - Solubilité - Biodégradabilité - Méthane**



## تلخيص

يتناول البحث في هذه الرسالة دراسة قابلية الذوبان وقابلية التحلل الحيوي لثلاثة أنواع من نفايات سائلة لمعاصر الزيتون من ثلاث مناطق في الجزائر (بجاية، ميله، جيجل) حيث أجريت في الوضع اللاهوائي في سلسلة من مفاعلات 150 مل و250 مل في درجة حرارة منخفضة (37 درجة مئوية) ودرجة حرارة عالية (55 درجة مئوية).

من خصائص النفايات السائلة لمعاصر الزيتون قبل الحضانة هي أنّ الهوامش الثلاثة تتميز بالذوبان الجيد حيث تعتبر جيجل هي الأحسن من ناحية الذوبانية حيث يقدر مردودها بنسبة تساوي 88.88 %.

التحلل البيولوجي يقدم أفضل دراسة عن طريق عملية الهضم اللاهوائي في الطور للميوسوفيليك

والحرارية كشفت أنّ النفايات السائلة لمعاصر الزيتون بجيجل تعطي أفضل إنتاج محدد في الغاز الحيوي وفي الميثان من أجل 283 مل / غ في الميثان في حالة ميزوفيليك و192.25 مل / غ في حالة ثرموفيل.

الكلمات المفتاحية: نفايات السائلة لمعاصر الزيتون -الذوبانية- التحلل البيولوجي- الميثان

**Abstract:**

The present research work attempts to investigate the solubility and the biodegradability of the liquid wastes of olive presses in three Algerian regions (Mila, Jijel, and Bejaia) in anaerobic mode. The experiments were carried out in a series of reactors of 150 ml and 250 ml at a mesophilic phase (37 ° C) and a thermophilic phase (55 C).

Before the incubation of the liquid wastes of olive presses and the sewage waters, the characteristics of the three regions allow for good solubilization. After the incubation was conducted, the solubility of the liquid wastes of olives presses at Jijel proved to be the best with a DCOS / DCOt ratio of 88.88%. Similarly, the study of biodegradability, by the process of anaerobic digestion in a mesophilic and a thermophilic phase, revealed that the incubation of the liquid wastes of olive presses and the sewage waters at Jijel provides the best production of both biogas and methane in particular with an order of 283 ml / gTVS for methane in a mesophilic phase and of 192.25ml / gTVS in a thermophilic phase.

**Key words: Liquid Waste of Olive Presses, Solubility, Biodegradability, Methane.**