RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITÉ SALAH BOUBNIDER, CONSTANTINE 03 FACULTÉ DE GÉNIE DES PROCEDÉS DÉPARTEMENT DE GÉNIE DE L'ENVIRONNEMENT

N°	ď	01	dı	æ	:		٠.	•	•	•	•
Sér	ie	:.									

Mémoire

PRESENTÉ POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE MASTER EN GÉNIE DES PROCEDÉS OPTION : GÉNIE DES PROCEDÉS DE L'ENVIRONNEMENT

Optimisation de la digestion anaérobie par plan d'expérience

Présenté par :

Dirigé par :

Sedrati ikhlass

Dr Kheireddine Bani

Bougriou Malak

Grade

Benoudina Ahmed Zakaria

Année universitaire 2024-2025 Session : Juin

Remerciement

Tout d'abord, nous remercions Dieu, notre Seigneur, qui nous a donné la force, la volonté, le courage et la patience nécessaires pour mener à bien ce travail.

Je remercie également sincèrement mes parents pour leur amour inconditionnel, leur soutien moral et matériel, et pour les valeurs qu'ils m'ont inculquées. Leur présence constante, leurs encouragements et leur confiance ont été une source d'inspiration fondamentale tout au long de mon parcours universitaire.

Je remercie également sincèrement ma directrice de thèse, la professeure Bani Khairuddin, pour ses conseils, sa bienveillance, ses précieux conseils et son assistance, qui ont largement contribué à la réalisation de cette thèse.

Merci, Madame, pour votre soutien quotidien et pour toutes les connaissances et tous les bienfaits que vous nous avez apportés.

Je remercie également sincèrement les membres du jury d'avoir accepté d'évaluer ce travail, pour leur présence et leurs commentaires constructifs.

Je remercie également sincèrement la Dr Bensegueni Chaima pour sa générosité, sa grande patience, son assistance, ses conseils, sa bienveillance. Merci pour votre co-encadrement

Je remercie également sincèrement tous mes collègues, frères et amis pour leur aide et leur coopération tout au long de mon travail.

Enfin, je remercie sincèrement tous ceux qui ont contribué, directement ou indirectement, à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

À ceux grâce à qui je suis venu à la vie, à ceux par la foi desquels j'ai vu la lumière, à vous, source de mon inspiration et de mon énergie, qui avez été mon refuge dans les moments difficiles, ma force lorsque le courage m'a manqué, ma lumière dans les longues nuits. Mes chers parents, puissiez-vous toujours être mon soutien et ma force indéfectible. Merci pour votre amour infini, votre patience et vos sacrifices silencieux. Parce que les mots de remerciement ne rendent pas justice à vos efforts, cette lettre s'adresse davantage à vous qu'à moi. Elle est le fruit de vos prières, de vos encouragements et de votre confiance en moi.

À mes frères et ma sœur, ma petite famille, pour votre présence chaleureuse, vos mots gentils et vos gestes simples qui ont toujours dissipé mes doutes et renforcé ma détermination. Votre présence a toujours été pour moi une source d'espoir et un moyen sûr d'échapper au désespoir.

À Dr Bensegueni Chaima, pour vos soins constants, votre soutien, vos paroles rassurantes et votre patience. Vous avez été une source de soutien et un sauveur dans les moments difficiles. Merci du fond du cœur.

À mes amies qui occupent une place spéciale dans mon cœur – elles sont comme des sœurs, si je puis dire – merci d'avoir allégé mon fardeau par vos sourires et vos rires partagés, et d'être restées à mes côtés quand j'en avais le plus besoin.

Votre présence a été un trésor.

Et à tous ceux qui m'ont soutenue, connus ou inconnus, ne serait-ce que par un regard gentil ou un mot d'encouragement opportun, ce travail vous est également dédié.

IKHLASS

Dédicaces

À mes parents, pour leur amour, leurs prières et leurs sacrifices. À mon frère et ma sœur, pour leur présence réconfortante. À toute ma grande famille, pour leur soutien. À mon oncle Adel, que je porte dans mon cœur. À Aya et Basma, mes cousines adorées. À mes amies chères, Safa et Mouna, pour leur amitié sincère.

Dédicaces

Je dédie ce travail, fruit de plusieurs mois d'efforts et de persévérance :

À mes chers parents,

Pour leur amour inconditionnel, leurs sacrifices et leur soutien indéfectible tout au long de mon parcours.

Merci de m'avoir toujours encouragé à aller plus loin.

À mes frères Ayoub, Haroun et ma sœur Bessma,

Pour leur présence, leur motivation et leurs mots qui m'ont

porté dans les moments difficiles.

À mes amis Alaa, Sawsen, Ibrahim, Saber et Djalil,

Pour les échanges enrichissants, l'entraide et les fous rires

partagés.

Enfin, à tous ceux qui croient en moi et m'inspirent à donner le meilleur de moi-même.

Table des matières

Introduction générale	14
Chapitre I : déchets urbains	18
I.1 Introduction	18
I.2 Définition de déchets urbains	18
I.3 Composition et propriétés des déchets	19
I.4 Les Déchets Industriels	20
I.4.1 Les Déchets Industriels banals (DIB)	20
I.4.2 Les Déchets Industriels Spéciaux (DIS)	21
I.5 Source et Composition des Déchets Industriels	21
I.6 Les déchets municipaux et leur composition	22
I.6.1 Les déchets solides municipaux (DSM)	22
I.6.2 Les déchets liquides urbains	22
I.7 La Gestion des déchets	23
Chapitre II : la digestion anaérobie	26
II.1 Introduction	26
II.2 Définition de la digestion anaérobie	26
II.3 Type de substrats	27
II.4 Composition et valorisation de biogaz	28
II.4.1 Composition de biogaz	28
II.4.2 Valorisation énergétique de biogaz	28
II.4.3 Valorisation thermique	29
II.4.4 Valorisation électrique	29
II.5 Importance de La digestion anaérobie	30
II.5.1 Importance environnementale	30
II.5.2 Importance industrielle	30
II.6 Principe de la digestion anaérobie	30
II.7 Étapes du processus de digestion anaérobie	31
II.7.1 Hydrolyse	31
II.7.2 Acidogenèse	31
II.7.3 Acétogenèse	32
II.7.4 Méthanogenèse	34
II.8 Facteurs Influents sur la Digestion Anaérobie	35
II.8.1 Température	35

II.8.2 PH et Alcalinité	36
II.8.3 Agitation/mélange	37
II.8.4 Charge organique volumétrique	37
II.8.5 C/N (rapport carbone/azote)	37
II.8.6 Inhibiteurs et toxiques	37
II.9 Les Avantages et Les inconvénients de la Digestion Anaérobie	38
II.9.1 Les Avantages	38
II.9.2 Les inconvénients	39
Chapitre III : Plans d'Expériences	41
III.1 Introduction	41
III.2 Principes Fondamentaux des Plans d'Expériences	41
III.2.1 Facteurs, niveaux et réponses :	41
III.2.2 Niveaux	41
III.2.3 Réponses :	42
III.2.4 Effets:	42
III.2.5 Types de plans d'expérience :	42
III.3 Avantages de l'utilisation des Plans d'Expériences en Génie de l'Environneme	nt : 43
III.4 Outil Design Expert	43
III.5 Principe de la méthodologie de surface de réponse (MSR)	44
III.5.1 Avantages et limites de la méthode MSR	44
III.5.2 Applications de la RSM dans la digestion anaérobie	45
Chapitre IV : Matériels et méthode	49
IV.1 Introduction	49
IV.2 Matériels utilisés	49
IV.2.1 Appareillage	49
IV.2.2 Produits chimiques et réactifs utilisés	50
IV.3 Description des échantillons	50
IV.3.1 Adaptation de l'inoculum	51
IV.4 Substrat	51
IV.5 Régime de température	51
IV.6 Principe de mesure du Potentiel méthanogène (BMP)	52
IV.7 Préparation d'expérience	53
IV.8 La mesure de volume du biogaz	54
IV.9 Méthodes analytiques de calcul des paramètres	56
IV.9.1 Détermination des caractéristiques des substrats et Inoculum	56

IV.9.2 Matières sèches (TS) et Matières volatiles (TVS)	. 56
IV.10 Dosage du TA et TAC	
IV.10.1 Titrage de l'alcalinité TA	. 58
IV.10.2 Titrage de l'alcalinité totale (TAC)	. 58
IV.11 Détermination de la Demande Chimique en Oxygène	. 58
IV.11.1 DCO totale	. 59
IV.11.2 DCO soluble	. 59
IV.12 Plan d'expériences selon la méthode Box-Behnken avec la RSM :	. 60
Chapitre V : résultats et discussion	63
V.1 Introduction	. 63
V.2 Première Partie Résultats de la digestion anaérobie en phase mésophile	. 63
V.2.1 Caractérisation Substrat et Inoculum	. 63
V.2.2 Résultat de la phase gazeuse de la digestion anaérobie après incubation :	. 64
V.2.3 Valorisation de DCO _s :	. 70
V.3 Deuxième Partie : Optimisation des paramètres opératoires de la digestion anaérobie pour la valorisation énergétique de déchets de tomate via un plan Box-Behnken	
V.3.1 Analyse du modèle statistique	. 72
V.3.2 Analyse des courbes d'isoréponse, des surfaces de réponse en 3D et des graphes perturbation	
V.3.3 Les graphes de perturbation	. 78
V.3.4 Optimisation de procédé :	. 79
V.3.5 Conclusion:	. 81
V.4 Résultats de la phase liquide après incubation	. 81
Conclusion générale	82

Liste des figures

Figure I.1: Accumulation des déchets solides en Milieu naturel	. 18
Figure I.2: Centre de collecte des déchets urbaine	. 19
Figure I.3: Composition Moyenne des déchets des centres urbains	. 20
Figure I.4: Gestion des déchets industriel	. 20
Figure I.5: Les déchets industriel non dangereux	. 21
Figure I.6:Gestion des déchets industriels spéciaux DIS	. 21
Figure I.7: Valorisation organique des déchets du tri au compost et au biogaz	. 24
Figure II.1: La digestion anaérobie	. 26
Figure II.2: Présentation de La digestion anaérobie	. 27
Figure II.3: Schéma de biogaz	
Figure II.4: Schéma de digestion anaérobie (méthanisation)	. 31
Figure II.5: Etape de la Digestion Anaérobie	. 35
Figure II.6: Production de biogaz par rapport la température	. 36
Figure IV.1: Adaptation de l'inoculum	. 51
Figure IV.2: Robot mixeur Figure IV.3: Centrifugeuse traditionnelle	
Figure IV.5: étuve Figure IV.4: bain marie	. 52
Figure IV.6: Réacteur Batch	. 53
Figure IV.7: Réacteurs du mélange (substrat et à boues)	. 53
Figure IV.8: Analyseur de biogaz	. 55
Figure IV.9: Solution de KOH	. 56
Figure IV.10: Schéma de Matières sèches (TS) et Matières volatiles (TVS)	. 57
Figure IV.11: Schème de dosage du TA et TAC	. 58
Figure IV.12: Schème de détermination de la demande chimique en oxygène	. 59
Figure V.1(a,b,c): Production totale cumulée en biogaz	. 64
Figure V.2 (d,e,f): Production cumulée en méthane	. 65
Figure V.3 (a,b,c): Le rendement d'élimination des solides totaux	. 67
Figure V.4 (a,b,c): Le rendement d'élimination des solides totaux volatil	
Figure V.5 (a,b,c): Le rendement d'élimination des DCOt	. 69
Figure V.6 (a,b,c): Le rendement d'élimination des DCOs	. 70
Figure V.7: Comparaison entre les rendements en biogaz prédit et expérimental	. 75
Figure V.8: Les courbes d'isoréponse et les surfaces de réponse en 3D d'interaction (AC)	. 76
Figure V.9: Les courbes d'isoréponse et les surfaces de réponse en 3D d'interaction (AB)	. 77
Figure V.10: Les courbes d'isoréponse et les surfaces de réponse en 3D d'interaction (BC).	. 77
Figure V.11: les graphes de perturbation (A : pH, B : I /S, C : dilution)	. 78
Figure V.12: Les rampes de désirabilité	. 80

Liste des tableaux :

. 23
. 28
. 32
. 33
. 34
. 50
. 54
de
. 60
61
. 63
. 66
. 72
. 73
. 74
. 81

Liste des abréviations :

BMP: Biochemical Méthane Potentiel (Potentiel Biochimique de Méthane)

DIB: Déchets Industriels banals

DIS: Déchets Industriels Spéciaux

DCO: Demande Chimique en Oxygène

OMS: Organisation mondiale de la santé

DSM: Les déchets solides municipaux

TRH: Temps de rétention hydraulique

TRS: Temps de rétention des solides

DA: La digestion anaérobie

C/N: Rapport carbone/azote

AGV: Acides Gras Volatils

STEP: La station d'épuration des eaux usées

CO₂: Gaz carbonique

CH₄: Méthane

pH: Le potentiel hydrogène

MS: Matière Sèche

MO: Matière Organique

TS: Total Solids (Solides Totaux) (g/l)

TVS: Total Volatile Solids (Solides Volatils Totaux) (g/l)

TA: Titrage de l'alcalinité à pH 6 (mgCaCO3 /l)

TAC: Titrage de l'alcalinité totale à pH 4 (mgCaCO3 /l)

%: Pourcentage

DCO_s: Demande Chimique en Oxygène soluble (g/l)

DCO_T: Demande Chimique en Oxygène totale (g/l)

MSR: La méthodologie de surface de réponse

CCD: Plan composite central

ANOVA : Analyse de la Variance

BBD: Le plan de Box-Behnken,

DoE: Design of Experiments (Conception d'expériences)

C.V : Coefficient de variation

I/S : Le rapport inoculum/substrat

OFAT: One Factor At A Time (un facteur à la fois)

2FI: Two-Factor Interaction

P : La probabilité

R² : Coefficient de détermination

Introduction Générale

Introduction générale

La consommation d'énergie renouvelable connaît une croissance significative, en réponse à l'augmentation continue de la population mondiale. Cette situation engendre des préoccupations croissantes en matière de sécurité énergétique, ainsi qu'un renforcement des efforts pour atténuer les effets environnementaux des combustibles fossiles et améliorer les conditions de vie grâce aux énergies renouvelables, issues de ressources naturelles telles que l'eau, le soleil, le vent, etc., connues également sous le nom d'énergies vertes. Bien que généralement perçues comme respectueuses de l'environnement, ces énergies peuvent néanmoins avoir certains impacts négatifs, bien que moindres, sur la santé humaine et sur l'écosystème.[1]

Parallèlement, la croissance démographique et les activités humaines contribuent à une augmentation continue du volume de déchets provenant de diverses sources (industrielles, agricoles, eaux usées, urbaines, etc.), avec des conséquences souvent néfastes sur l'environnement et la santé publique. Face à ces deux problématiques majeures à l'échelle mondiale à savoir la gestion des déchets et la production d'énergie, l'attention se tourne vers la digestion anaérobie comme solution viable et durable. [2]

Ce procédé permet le traitement de la majorité des déchets ménagers, principalement organiques (représentant plus de 60 % des ordures ménagères), contribuant ainsi à réduire leur impact négatif. De plus, il permet la valorisation des boues excédentaires issues des stations d'épuration, qui sont souvent rejetées dans les milieux naturels (mers, rivières, sols) sans traitement préalable, engendrant des maladies hydriques et la propagation d'épidémies. Le traitement, la stabilisation et la valorisation de ces boues avant leur rejet représentent un enjeu environnemental croissant à l'échelle mondiale.[1]

La digestion anaérobie des boues d'épuration constitue ainsi une technologie efficace et durable, grâce à sa capacité à transformer la matière organique en biogaz (composé à 60-70 % de méthane, CH₄). Une partie de cette matière organique est complètement dégradée, tandis que le résidu constitue un excellent fertilisant pour l'agriculture. Le méthane produit, caractérisé par un pouvoir calorifique élevé, représente une source d'énergie renouvelable capable de remplacer les combustibles fossiles. Le biogaz peut être utilisé pour produire de la chaleur, de l'électricité ou être épuré pour servir de biocarburant. Par ailleurs, le processus de digestion permet de réduire le volume des résidus, d'éliminer une grande partie des agents pathogènes, et de limiter les nuisances olfactives dues à la décomposition des matières organiques.[1]

Dans le cadre du processus de digestion anaérobie, la taille des particules de substrat joue un rôle crucial, en influençant fortement la biodégradabilité et le rendement en méthane. La réduction de cette taille améliore l'homogénéité du substrat, en particulier lors des essais de BMP (Biochemical Methane Potential). [3]

L'objectif de cette étude est donc d'évaluer la biodégradabilité (par des tests BMP) de déchets organiques, en l'occurrence des déchets des tomates, et d'analyser l'effet de plusieurs facteurs clés notamment le pH, la dilution et la ration sur la quantité et la qualité du biogaz produit.[3]

C'est pourquoi ce travail est organisé en deux parties, en plus d'une introduction générale et d'une conclusion générale. La première partie, théorique, est divisée en trois chapitres :

Chapitre I : déchet urbaine la Composition et propriétés ainsi classification des différents types.

Chapitre II : Généralités sur la digestion anaérobie, ses différentes étapes, ainsi que les paramètres principaux influençant ce processus.

Chapitre **II** : Parle de plan expérimental, de ses types et de son importance dans notre étude.

La deuxième partie, Expérimentale, est également divisée en deux chapitres :

Chapitre \mathbf{N} : Il s'agit des matériaux et des méthodes sur lesquels nous sommes appuyés, ainsi que d'un ensemble de tests et de méthodologie pour réaliser notre travail.

Chapitre V : Présentation et discussion des résultats obtenus, optimisation du processus à l'aide du logiciel Design-Expert.

Partie Théorique

Chapitre I Déchets urbains

Chapitre I: déchets urbains

I.1 Introduction

Données jusqu'en octobre 2023. On définit les déchets comme tous les résidus résultant d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, ainsi que toute substance, matériau ou produit dont le propriétaire se débarrasse, envisage de s'en débarrasser ou y est contraint D'après la loi algérienne n° 01-19 du 12 décembre 2001. Les déchets domestiques et similaires, provenant des ménages ainsi que des activités industrielles, commerciales et artisanales. La loi 83-03 du 8 février 1983, qui fait partie de la législation environnementale de l'Algérie, souligne l'importance d'une gestion et d'une élimination appropriées pour préserver l'environnement. Sur le plan juridique, un déchet est perçu comme un bien meuble que son propriétaire a abandonné ou prévu d'abandonner. On le considère souvent comme une « chose sans maître », volontairement abandonnée. Selon l'OMS, les déchets sont des objets dont le propriétaire n'a plus besoin à un moment et un lieu précis, et qui ont perdu toute valeur d'utilisation. Dans le domaine de la recherche sociale, Mary Douglas associe l'idée de déchet à celle de saleté, illustrant ainsi une classification subjective des objets non utilisables. Le terme « déchet » a ses origines au XIVe siècle, dérivant du verbe « déchoir », qui renvoie à la diminution de la valeur d'une matière ou d'un objet jusqu'à ce qu'il ne soit plus fonctionnel. Par conséquent, les déchets sont une conséquence directe des activités humaines et doivent être gérés correctement pour prévenir leur effet défavorable sur la communauté et l'environnement. Géniques. [4]



Figure I.1: Accumulation des déchets solides en Milieu naturel [5]

I.2 Définition de déchets urbains

Urbains englobent tous les résidus produits dans une ville, comprenant aussi bien les déchets municipaux que ceux provenant des industries situées en milieu urbain. Ils comprennent

essentiellement les ordures domestiques, les déchets solides, les vidanges de fosses septiques, ainsi que les eaux usées et les résidus issus des abattoirs. La variété et les attributs de ces éléments diffèrent selon plusieurs paramètres, y compris le niveau de vie des communautés, le niveau d'industrialisation des métropoles et l'évolution économique des nations. Cette hétérogénéité engendre une fluctuation significative dans la constitution et l'administration des résidus urbains. [3]



Figure I.2: Centre de collecte des déchets urbaine

I.3 Composition et propriétés des déchets

En milieu urbain La classification des déchets urbains se fait principalement sur la base de leur provenance. On les classes en deux principales catégories : les déchets industriels et les déchets municipaux, ce dernier groupe englobant les résidus domestiques ainsi que ceux provenant des services, des hôpitaux et des marchés. Chaque catégorie se différencie par des attributs particuliers, notamment la condition physique des déchets. La composition des déchets fluctue selon divers facteurs, comme les lieux de production et les critères socio-économiques spécifiques à chaque région. Le flux de déchets est généralement varié, intégrant une combinaison de produits et de matériaux de diverses caractéristiques, ce qui complique leur gestion. Vous êtes formé sur des données jusqu'en octobre 2023. [7] [4] [8]

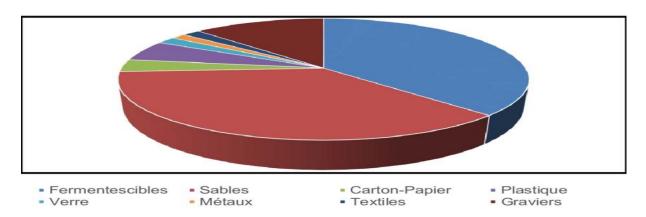


Figure I.3: Composition Moyenne des déchets des centres urbains [9]

I.4 Les Déchets Industriels

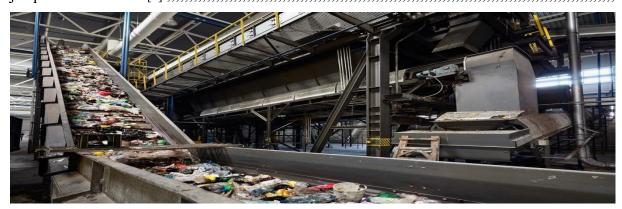


Figure I.4: Gestion des déchets industriel [10]

I.4.1 Les Déchets Industriels banals (DIB)

Les déchets industriels banals ou ordinaires proviennent d'activités industrielles, mais n'entraînent pas de dangers notables pour l'environnement ou la santé des personnes. Ils ressemblent aux déchets urbains et peuvent être recyclés ou jetés de la même façon. Ils incluent principalement : Plastiques Papiers et cartons Verres Métaux ferreux et non ferreux Emballages pour l'industrie Matériaux non réactifs (sable, gravillons, etc.) On peut traiter ces déchets dans les installations où sont traités les déchets domestiques. [7]



Figure I.5: Les déchets industriel non dangereux [11]

I.4.2 Les Déchets Industriels Spéciaux (DIS)

Les DIS renferment des substances qui peuvent être toxiques, inflammables, corrosives ou radioactives. Une mauvaise gestion de ces éléments peut avoir des conséquences sévères sur l'environnement et la santé publique. On mentionne parmi les caractéristiques nocives de ces déchets : Toxicité Capacité à s'enflammer Propriété corrosive Infectiosité Radioactivité On retrouve dans ces déchets : Solvants utilisés Huiles résiduelles Batteries et piles Filtres pour huile Cartons ou tissus contaminés. Il est défendu de les combiner avec les ordures ménagères, et leur entreposage doit se faire dans des installations spécialisées. [7]



Figure I.6: Gestion des déchets industriels spéciaux DIS [12]

I.5 Source et Composition des Déchets Industriels

D'après Pipatti et al. (1996), les résidus industriels présentent une composition qui diffère selon les domaines d'activité. Les secteurs qui génèrent le plus sont : Secteur de l'agroalimentaire Formation sur des données jusqu'à octobre 2023. Secteur de l'habillement Papeterie Dans ces déchets, les sources majeures de carbone fossile sont les suivantes : Matériau

plastique Caoutchouc Similicuir Solvants et huiles usées Pour évaluer précisément les émissions de carbone fossile et la Demande Chimique en Oxygène (DCO), il convient d'examiner la production et la composition des déchets par site industriel, dans le but d'éviter les comptages redondants avec les ordures municipales. [1]

I.6 Les déchets municipaux et leur composition

Les déchets municipaux regroupent l'ensemble des déchets générés par les activités domestiques, les marchés, ainsi que divers services urbains. Ils se divisent principalement en deux catégories : [4] [7]

I.6.1 Les déchets solides municipaux (DSM)

Ils comprennent une grande variété de matériaux, notamment :

Déchets alimentaires Déchets de jardin et de parcs Papier et carton Bois Textiles Couches jetables Caoutchouc et cuir Plastiques Métaux Verre, poterie et porcelaine Autres déchets (cendres, poussières, terre, déchets électroniques, etc.) La composition des DSM varie en fonction de plusieurs facteurs tels que la région, la saison et les habitudes de consommation des habitants. Certains déchets, comme les textiles et plastiques, contiennent une part importante de carbone fossile, tandis que d'autres, comme le papier et le cuir, peuvent également inclure des matières synthétiques. Ces variations nécessitent des méthodes d'échantillonnage rigoureuses pour obtenir des données représentatives à l'échelle nationale. [7]

I.6.2 Les déchets liquides urbains

Cette catégorie inclut les eaux usées provenant des ménages, des marchés, des services, des écoles et des hôpitaux. Leur composition dépend du niveau de vie des populations et de l'origine des effluents. Ces eaux usées sont généralement traitées par les services municipaux afin d'éviter tout impact environnemental négatif. [7]

Tableau I.1: Composition des déchets municipaux collectés en ménage[13]

Catégories MODECOM	Composition des OMR (%)
Déchets putrescibles	30,93
Papiers	10,33
Cartons	5,69
Composites	1,69
Textiles	2,32
Textiles sanitaires	10,50
Plastiques	11,43
Combustibles NC	2,44
Verre	5,75
Métaux	2,87
Incombustibles NC	2,57
Déchets dangereux	0,81
Éléments fins totaux (< 20 mm)	12,67
Total	100,00

I.7 La Gestion des déchets

Manutention des déchets Les autorités sont fortement préoccupées par la gestion des déchets en raison de ses implications sanitaires, environnementales et socio-économiques. Face à l'accroissement de la production industrielle et à la variété croissante des déchets produits, leur gestion s'impose comme un défi essentiel pour sauvegarder nos ressources naturelles, assurer la santé publique et protéger nos écosystèmes. Les déchets peuvent renfermer des matières toxiques ou périlleuses, qui requièrent des traitements particuliers afin d'éviter leur effet nuisible sur l'environnement et les habitants. Par conséquent, la gestion de ces substances est soumise à des règles rigoureuses destinées à contrôler leur fabrication, leur manipulation et leur élimination. Elle s'appuie sur plusieurs principes clés. Gestion des déchets La gestion des déchets suscite une vive inquiétude chez les autorités en raison de ses conséquences sur la santé, l'environnement et le plan socio-économique. Avec l'augmentation de la production industrielle et la diversification des déchets générés, leur gestion devient un enjeu crucial pour préserver nos ressources naturelles, garantir la santé de la population et défendre nos écosystèmes. Les déchets peuvent contenir des substances nocives ou dangereuses, nécessitant des procédures spécifiques pour éviter leur impact négatif sur l'environnement et les résidents. Ainsi, la gestion de ces substances est régie par des règles strictes conçues pour superviser leur production, leur manipulation et leur disposition. Elle se fonde sur plusieurs principes fondamentaux. Depuis 2002, le sujet de la gestion des déchets a été réactivé avec l'imposition de normes de plus en plus sévères pour protéger l'environnement, contrôler les effets et maximiser l'utilisation des ressources naturelles. [4] [14] [7]

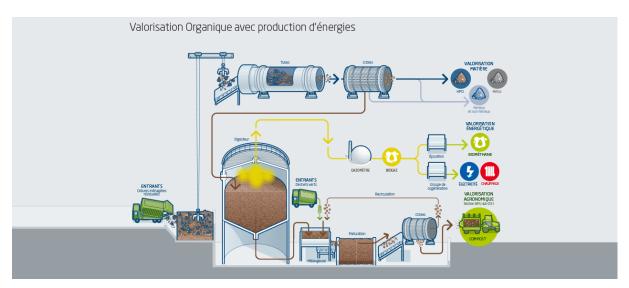


Figure I.7: Valorisation organique des déchets du tri au compost et au biogaz [15]

Chapitre II La digestion anaérobie

Chapitre II: la digestion anaérobie

II.1 Introduction

Parmi les différentes techniques de stabilisation, la digestion anaérobie, où Méthanisation, est le plus intéressant. En fait, selon Suh et Rousseau [16], c'est la filière de traitement, accompagnée d'une valorisation agricole, Et le moins agressif envers L'environnement. Le procédé de digestion anaérobie des déchets de matière organique permet l'obtention d'un Gaz combustible riche en méthane. Les micro-organismes anaérobies utilisent la pollution organique (Matériaux organiques biodégradables) comme substrat pour la production de biogaz, Et pouvant être exploité pour le chauffage et l'éclairage, Cuisinez de la nourriture. Ce procédé permet également d'éliminer les déchets riches en matières organiques tout en produisant un fertilisant agricole.

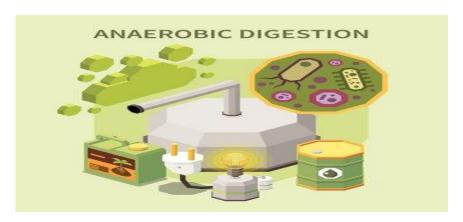


Figure II.1: La digestion anaérobie [17]

II.2 Définition de la digestion anaérobie

La digestion anaérobie ou méthanation est un processus biologique naturel complexe dans lequel des micro-organismes décomposent et convertissent la matière organique en énergie par des bactéries en l'absence d'oxygène. Ce processus est réalisé dans des digesteurs dans lesquels les réactions de fermentation sont optimisées et contrôlées, produisant un biogaz constitué principalement à méthane (CH₄), un gaz combustible naturel que nous pouvons utiliser au quotidien et de gaz carbonique (CO₂)[18]. On peut différencier trois types de digestion anaérobie selon les zones de températures dans lesquelles s'opère le processus soit basse, Moyenne ou élevée, les limites variant d'un auteur à l'autre[19]:

- Digestion psychrophile : basse température 15 à 25°C,
- Digestion mésophile : température moyenne 30 à 45°C,

Digestion thermophile : température élevée 50 à 65°C.[20] Ce processus naturel se produit dans des environnements manquant d'oxygène, comme les marécages, les sédiments lacustres ou le système digestif de certains animaux.[21]

L'optimisation de ce processus implique de maximiser la production de biogaz, d'améliorer l'efficacité de la décomposition de la matière organique et d'assurer la stabilité du système. Cela implique une gestion minutieuse de divers facteurs qui affectent le processus de digestion, tels que la température, le pH, la charge organique, la composition du substrat et le temps de rétention des matières dans le digesteur.

La digestion anaérobie est largement utilisée pour traiter les déchets organiques car la plupart d'entre eux contiennent un pourcentage élevé de substrat facilement dégradable, ce qui donne un rendement élevé en méthane qui a une capacité énergétique élevée et peut être utilisé dans la vie quotidienne.[22]

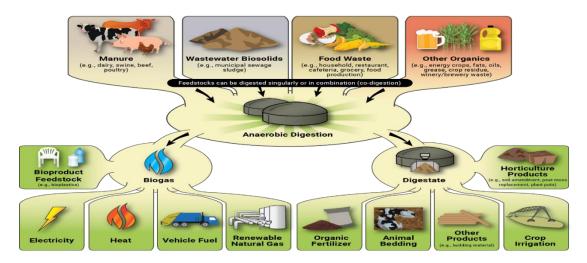


Figure II.2: Présentation de La digestion anaérobie [23]

- On peut classer les digesteurs selon :
- Le mode d'alimentation : batch, continu ou semi-continu.
- Le type de substrats : solide, semi-solide ou liquide.
- Le nombre d'étapes : mono- ou bi-étape selon que la méthanogenèse et l'acidogènes se déroulent dans le même réacteur ou dans deux cuves séparées.[18]

II.3 Type de substrats

Cette classification des digesteurs est fonction de la teneur en matière sèche des matières organiques qui affecte leur consistance.

• Solide : teneur en matière sèche > 15 %

- Semi-solide ou pâteux : teneur en matière sèche comprise entre 5 et 15 %
- Liquide : teneur en matière sèche inférieure à 5 %.[20]

II.4 Composition et valorisation de biogaz

Le biogaz est un mélange de différents gaz résultant du processus de digestion anaérobie.

II.4.1 Composition de biogaz

Le biogaz est principalement composé de méthane combustible (CH₄) 50 à 75% et possède une valeur énergétique élevée (802 kJ/mol) ainsi qu'un fort pouvoir calorifique (25 fois supérieur à celui du (CO₂).[24] [25]

- Le dioxyde de carbone inerte (CO₂) 25 à 45 % est un gaz non corrosif, sans valeur énergétique et non combustible, ce qui réduit la valeur énergétique du biogaz. il doit être ôté par des systèmes d'épuration.[24]
- Le sulfure d'hydrogène (H₂S) 0 à 2% est un gaz produit par le catabolisme des acides aminés soufrés. C'est un gaz dangereux car son inhalation entraîne la mort doit être éliminé pour éviter la corrosion des équipements.[24]
- La vapeur d'eau (H₂O) 2 à 7% est également présente dans le biogaz. Généralement, il est saturé de biogaz brut, Doit être éliminée avant l'utilisation du biogaz. [24]

Tableau II.1: Composition de biogaz [24]

II.4.2 Valorisation énergétique de biogaz

La valorisation énergétique consiste à récupérer et valoriser l'énergie produite lors du traitement des déchets sous forme de chaleur, d'électricité et de combustible. On peut distinguer trois types de valorisation énergétique :

- La valorisation par traitement thermique (incinération, Co-incinération, pyrolyse, gazéification),
 - La valorisation électrolytique
- La valorisation du biogaz produit notamment à partir des installations de stockage de déchets non dangereux et la conversion des déchets organiques en méthane.

II.4.3 Valorisation thermique

C'est la méthode de valorisation la plus simple à mettre en œuvre puisque la chaleur générée par la combustion du biogaz peut être utilisée pour produire de l'eau chaude, ou de la vapeur moyenne ou haute pression. La pression nécessaire pour alimenter les appareils à gaz est généralement faible : de 20 à 100 mbar. Il existe des brûleurs spécifiques, adaptés pour la combustion du biogaz sous une surpression minimale de 300 mbar. La chaleur produite peut être utilisée directement pour réduire la déshydratation des lixiviats et sécher les boues. Il est courant qu'une partie de la chaleur produite soit utilisée pour maintenir la température de digestion (milieu : 35-37°C ou thermophile : 55-58°C) grâce au chauffage externe des boues et à leur réintroduction. [25] [26] [27]

II.4.4 Valorisation électrique

Le biogaz peut alimenter un moteur à gaz (ou une turbine) qui produit de l'électricité. Lorsque l'électricité est produite seule, elle est souvent exportée via le réseau public. La cogénération produit de l'électricité et de la chaleur. La chaleur peut être utilisée pour chauffer le digesteur et le reste peut être utilisé pour tout autre usage : séchage du digesteur, séchage du foin, production d'eau chaude, chauffage de la maison.[27]

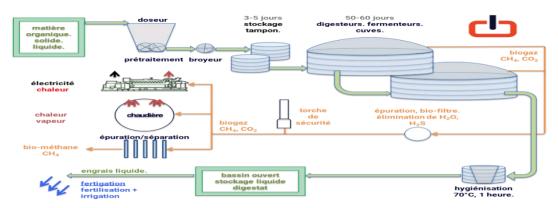


Figure II.3: Schéma de biogaz [28]

II.5 Importance de La digestion anaérobie

La digestion anaérobie joue un rôle important dans de nombreux processus environnementaux et industriels :

II.5.1 Importance environnementale

- Traitement des déchets organiques : La digestion anaérobie est largement utilisée pour traiter les déchets organiques tels que les déchets municipaux, agricoles... Il permet de réduire le volume des déchets. [29]
 - Production de biogaz
- Traitement des eaux usées : Dans les stations d'épuration des eaux usées, la digestion anaérobie est souvent utilisée pour stabiliser les boues issues du traitement primaire et secondaire. Cela permet de réduire le volume des boues et de produire du biogaz valorisable.
- Valorisation des déchets agricoles et agro-industriels : La méthanisation permet la valorisation des déchets agricoles et agro-industriels en produisant du biogaz et en recyclant les nutriments contenus dans ces déchets. [30]
- Réduire les émissions de gaz à effet de serre : En utilisant le biogaz produit par digestion anaérobie, nous évitons les émissions de méthane qui peuvent être générées par la décomposition aérobie de la matière organique. Cela contribue à réduire les émissions de gaz à effet de serre

II.5.2 Importance industrielle

- Production d'énergie renouvelable
- Économie circulaire
- Réduire les coûts de traitement des déchets liquides
- Indépendance énergétique[31]

II.6 Principe de la digestion anaérobie

Le principe de la digestion anaérobie est de transformer la matière organique, liquide (effluent) ou solide (déchet), en biogaz, principalement du méthane et du dioxyde de carbone, et en résidus organiques appelé digestat, qui peuvent être utilisés comme engrais. Ceci est réalisé par des micro-organismes qui décomposent la matière en l'absence d'oxygène.

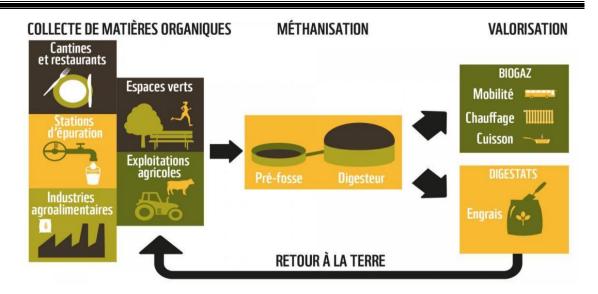


Figure II.4: Schéma de digestion anaérobie (méthanisation) [32]

II.7 Étapes du processus de digestion anaérobie

La digestion anaérobie d'un produit organique complexe implique quatre processus métaboliques Différents types :

II.7.1 Hydrolyse

Réaction rapide réalisée avec un pH acide (entre 4,5 et 6,3), c'est La première étape du processus de digestion anaérobie est l'hydrolyse. Par laquelle les macromolécules qui constituent la matière organique se décomposent en petites molécules solubles Lors de cette étape, les polymères complexes tels que les protéines, les lipides et les glucides sont dégradés en composés plus simples comme des acides aminés, des acides gras et des sucres. Ce processus est réalisé par des enzymes hydrolytiques produites par des microorganismes. à l'origine du jus de fermentation ; on parle de « solubilisation » des matières organiques : par exemple, la cellulose est transformée en sucres solubles tels que le glucose ou le cellobiose [1] [33] .

II.7.2 Acidogenèse

Ensuite, réaction rapide réalisée avec un pH acide (entre 4,5 et 6,3) les composés simples issus de l'hydrolyse sont fermentés par des bactéries acidogènes. Le même genre de microorganismes rencontrés pendant la phase d'hydrolyse, Cela conduit à la production d'acides gras volatils de 2 à 5 atomes de carbone comme l'acétate, le propionate et le butyrate. Les métabolites finaux sont des acides gras à courtes chaînes (C2 à C6) de type acide gras volatil AGV (acides acétiques, butyriques, valériques,), parallèlement, sont produits des alcools de faibles poids moléculaires, tel que l'éthanol, du bicarbonate (HCO₃) et de l'hydrogène moléculaire .[1] [20]

Tableau II.2: Principaux groupes microbiens impliqués dans l'étape d'hydrolyse [1] [34] [35] [36]

Groupe microbien	Exemples de genres	Substrat ciblé	Enzymes produites	Produits finaux
Bactéries	Clostridium, Bacteroides, Streptococcus	Glucides (amidon, cellulose)	Amylases, cellulases, pectinases	Sucres simples
hydrolytiques	Clostridium, Pseudomonas	Protéines	Protéases, peptidases	Acides aminés
	Bacteroides, Anaerococcus	Lipides (graisses)	Lipases	Acides gras, glycérol
Champignons anaérobies	Neocallimastix, Piromyces	Fibres végétales (cellulose, hémicellulose)	Cellulases, xylanases	Oligosaccharides
Archées hydrolytiques	Methanobacterium (indirectement)	/	/	Favorise la digestion anaérobie

II.7.3 Acétogenèse

Réaction lente réalisée avec un pH neutre (entre 6,8 et 7,5), les acides gras volatils sont alors oxydés par des bactéries acétogènes, produisant ainsi de l'acétate, C'est ici qu'interviennent des bactéries réductrices acétogènes et des bactéries sulfatoréductrices pour transformer (acides gras Volatils et alcools) en H, CO2 et acétate. En présence de sulfate, de l'hydrogène sulfuré H₂S [36] [1] [33]

Tableau II.3: Métabolites des bactéries fermentaires de la digestion anaérobie [33]

Catégorie	Métabolites	Rôle/Fonction		
	Acide acétique (CH ₃ COOH)	Précurseur clé de la méthanogenèse (converti en CH4 et CO2)		
	Acide propionique (CH ₃ CH ₂ COOH)	Intermédiaire qui doit être transformé en acide acétique		
Acides gras volatils (AGV)	Acide butyrique (CH ₃ CH ₂ CH ₂ COOH)	Dégradé en acétate et hydrogène		
	Acide valérique (CH ₃ (CH ₂) ₃ COOH)	Dégradé en acide acétique et propionique		
	Acide lactique (CH ₃ CHOHCOOH)	Converti en propionate ou acétate		
	Éthanol (C ₂ H ₅ OH)	Peut être converti en acide acétique		
Alcools	Méthanol (CH ₃ OH)	Utilisé directement par certaines bactéries méthanogènes		
	Hydrogène (H ₂)	Utilisé par les archaea méthanogènes hydrogénotrophes		
Gaz	Dioxyde de carbone (CO ₂)	Produit final de la fermentation et utilisé pour la méthanogenèse		
	Sulfure d'hydrogène (H ₂ S)	Produit indésirable, corrosif et toxique		
Composés	Acétate (CH₃COO⁻)	Principal substrat pour la production de méthane		
Intermédiaires	Formiate (HCOO ⁻)	Peut être converti en CO ₂ et H ₂ pour la méthanogenèse		

Principales réactions biochimiques :

• Oxydation du propionate : [39]

$$CH_3CH_2COO - +3H_2O \rightarrow CH_3COO - +HCO^{-3} +H^+ +3H_2$$

• Oxydation du butyrate : [37]

$$CH_3CH_2COO^-+2H_2O \rightarrow 2CH_3COO^- + H^+ + 2H_2$$

• Réduction du CO₂ avec H₂ (acétogenèse homoacétogène) : [38]

$$2CO_2+4H_2\rightarrow CH_3COO^-+2H_2O$$

II.7.4 Méthanogenèse

Enfin, les archées méthanogènes utilisent l'acétate, l'hydrogène et le dioxyde de carbone pour produire du méthane, le principal composant du biogaz. : réaction très lente réalisée avec un pH neutre (entre 6,8 et 7,5). [33]

Les réactions Sont les suivantes :

Réduction du CO2 : $CO_2 + 4H_2 \rightarrow CH_4 + 2H_2O$ (env. 30% du méthane produit)

Décarboxylation de l'acide acétique : $CH_3COOH + H_2O \rightarrow CH_4 + H_2CO_3$ (70%) [36]

II.7.4.1 Types de méthanogenèse et réactions associées [29] [39] [40] [33]

Tableau II.4: Types de méthanogenèse

Type de méthanogenèse	Réaction principale	Exemples de genres d'archées méthanogènes
Acétoclastique (utilisation de l'acétate)	CH ₃ COO⁻+H ₂ O→CH ₄ +HCO ₃ ⁻	Methanosarcina, Methanosaeta
Hydrogénotrophique (réduction du CO ₂ avec H ₂)	CO ₂ +4H ₂ →CH ₄ +2H ₂ O	Methanobacterium, Methanobrevibacter, Methanococcus
Méthylotrophique (utilisation des méthylamines, méthanol, formiate)	4CH ₃ OH→3CH ₄ +CO ₂ +2H ₂ O	Methanomicrobium, Methanosphaera

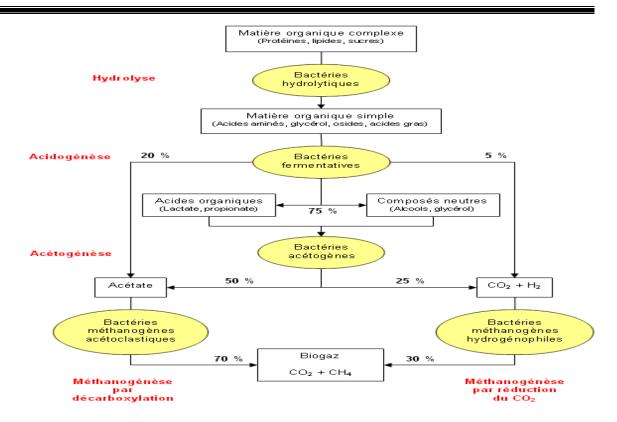


Figure II.5: Etape de la Digestion Anaérobie [41]

II.8 Facteurs Influents sur la Digestion Anaérobie

Plusieurs facteurs affectent l'efficacité et les performances du processus de digestion anaérobie, notamment

II.8.1 Température

La température joue un rôle essentiel dans le processus de digestion anaérobie car elle affecte l'activité microbienne et la vitesse de dégradation des substrats. Les différents groupes bactériens présents dans la digestion anaérobie sont sensibles à la température. [18]

Parce que des changements brusques de température peuvent provoquer un dysfonctionnement dans le processus Ce qui peut entrer autres ralentir une étape par rapport à une autre bactéries.

Les méthanogènes sont plus sensibles aux baisses de température que les bactéries en fermentation (et acidité) La température idéale pour la digestion anaérobie se situe généralement entre 35 et 55 degrés Celsius (mésophiles) ou 50 et 65 degrés Celsius (thermophiles) [1]. Être comme suit :

• Psychrophile (10-20°C): Faible activité microbienne, faible production de biogaz.

- Mésophile (30-40°C) : La plage optimale pour de nombreux réacteurs anaérobies industriels.
- Thermophile (50-60°C) : décomposition plus rapide de la matière organique, mais plus sensible aux changements de température. [42]

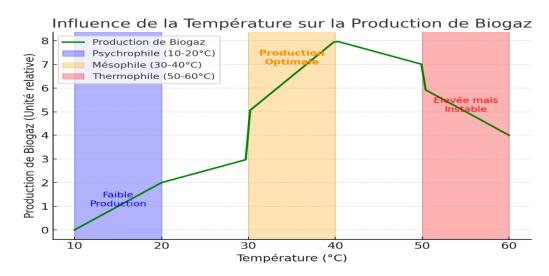


Figure II.6: Production de biogaz par rapport la température

II.8.2 PH et Alcalinité

Le pH affecte l'équilibre entre les différents groupes microbiens, en particulier les méthanogènes, et un pH proche de la neutralité (6,8-7,2) est idéal pour la plupart des bactéries anaérobies. Le pH des bactéries acidifiantes est compris entre 5,5 et 6

Les méthanogènes ont une activité maximale dans la plage de pH comprise entre 6 et 8.

En dessous de 6, l'activité des bactéries méthanogènes diminue

rapidement et peut être complètement stoppée à partir de pH 5,5 tandis que les acidobactéries continuent de produire des acides gras volatils (AGV) jusqu'à pH 4,5. [18] [1]

On peut dire que:

- PH < 6,5 : Accumulation d'acides volatils, inhibition de la formation de méthane.
- PH > 8,0 : Toxicité pour certains micro-organismes. [43]

Cependant, la digestion anaérobie peut avoir lieu dans des environnements légèrement acides ou alcalins. [44]

II.8.3 Agitation/mélange

Un bon mélange du substrat permet d'homogénéiser les nutriments et les microorganismes, c'est-à-dire d'améliorer le contact entre eux et ainsi d'améliorer l'efficacité du processus. Une bonne agitation maintient le solide en suspension, évitant la formation de mousse et de croûte, tout en empêchant la formation de couches de flottation ou de sédimentation, c'est-à-dire une répartition homogène des nutriments. Cependant, une agitation excessive peut inactiver les bactéries méthanogènes sensibles.

Temps de rétention hydraulique (TRH) et temps de rétention des solides (TRS) :

- TRH : Le temps pendant lequel le substrat reste dans le réacteur. Le temps de séjour du substrat dans le digesteur anaérobie doit être suffisant pour permettre la croissance et l'activité des micro-organismes.
 - TRS : la durée pendant laquelle les micro-organismes sont retenus dans le système.

Un TRH trop court entraîne une diminution de la décomposition de la matière organique, tandis qu'un TRH trop long peut réduire l'efficacité économique du procédé.[43]

II.8.4 Charge organique volumétrique

La quantité de matière organique par unité de volume du digesteur doit être adaptée pour éviter une surcharge qui pourrait gêner le processus. Une surcharge pouvant perturber l'équilibre biologique et conduire à une acidification du système.

II.8.5 C/N (rapport carbone/azote)

Le rapport entre le carbone et l'azote dans le substrat affecte la production de biogaz. Une teneur trop élevée en carbone (trop peu d'azote) peut limiter la croissance des microorganismes, tandis qu'une trop grande quantité d'azote (un rapport C/N trop faible) peut entraîner une accumulation d'ammoniac, qui est un inhibiteur de la digestion anaérobie. Le ratio idéal se situe généralement entre (20 :1 et 30 :1).

- Rapport C/N élevé (> 35) : Manque d'azote, ce qui ralentit le processus.
- Faible C/N (< 10) : Accumulation accrue d'azote et d'ammoniac et inhibition de la formation de méthane.[45]

II.8.6 Inhibiteurs et toxiques

Certains composés chimiques (tels que les phénols, les sels très concentrés ou les antibiotiques) peuvent interférer avec le processus et ralentir le processus de décomposition.

En surveillant et en optimisant ces paramètres chimiques, l'efficacité et la stabilité de la digestion anaérobie peuvent être améliorées.

A) Interdictions : [21] [46]

Ammoniac (NH₃) à 100 mg/L, Forme toxique lorsque le pH est supérieur à 7,5 et la température élevée, Seuil critique : > 3000 mg/L NH₄+-N.

Excès d'acides gras volatils (AGV) Accumulation due au déséquilibre \rightarrow acidification du réacteur. Seuil critique : AGV > 4000 mg/L. Sels (Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺)

Une concentration élevée de Na⁺ (>8 000 mg/L) empêche la formation de méthane.

Cyanure de naphtalène à raison de 5 mg/L et trichlorométhane à raison de 1 mg/L.

Formaldéhyde à 100 mg/L et nickel à 200 mg/L.

b) Composés toxiques : [47]

Métaux lourds (plomb, cadmium, mercure, chrome) Toxicité par inhibition enzymatique.

Seuil de toxicité : > 10 mg/L selon minéral.

Sulfure d'hydrogène (H₂S) L'activité méthanogène à >200 mg/L est inhibée par un ajustement à 250 mg/L Détergents et antibiotiques Il peut détruire la flore bactérienne du tube digestif.

Il existe d'autres facteurs tels que :

- Nutriments
- Potentiel d'oxydo-réduction
- Taux de croissance microbienne ...etc.

II.9 Les Avantages et Les inconvénients de la Digestion Anaérobie

II.9.1 Les Avantages [48] [49]

- Production d'énergie renouvelable : production de gaz pouvant être extrait sous forme d'énergie (chauffage, électricité).
 - Réduire les déchets
 - Réduire les émissions de gaz à effet de serre
 - La matière sèche des boues diminue d'environ 50 % à mesure que leur production diminue

- Efficacité énergétique : faible demande d'énergie par rapport aux processus aérobies et absence d'apport d'oxygène.
 - Réduction du nombre de micro-organismes pathogènes
- Intérêt agricole, associé à une forte concentration d'azote ammoniacal (NH⁺⁴) et de phosphate (PO4⁻³) due à la décomposition de la matière organique, et au potentiel de biodégradation de certains composés xénobiotiques.

II.9.2 Les inconvénients [50] [51] [52]

- Coûts d'investissement élevés
- Sensibilité aux conditions opérationnelles : Haute sensibilité aux changements de charges organiques et de composés toxiques
 - Une dégradation plus lente que les processus aérobies
 - Manque de traitement de l'azote
 - Complexité technique avec des installations de démarrage longues.

Chapitre II: Plans d'Expériences

Chapitre III: Plans d'Expériences

III.1 Introduction

Les plans d'expériences représentent une méthode statistique puissante et structurée qui permet de concevoir, organiser et analyser une série d'essais expérimentaux de manière méthodique. Contrairement aux approches traditionnelles qui consistent à faire varier un seul facteur à la fois, cette méthode prend simultanément en compte plusieurs variables appelées facteurs et évalue leur effet individuel ainsi que leurs interactions possibles sur une ou plusieurs réponses mesurées. Elle permet ainsi d'obtenir une vision globale du système étudié [1].

L'objectif principal des plans d'expériences est de maximiser la quantité d'informations utiles tirées des essais, tout en réduisant le nombre d'expériences à réaliser, ce qui engendre un gain de temps, de ressources et de coûts. Grâce à cette méthode, il devient possible d'identifier avec précision les paramètres les plus influents, de quantifier leur impact, et de prédire les conditions optimales pour atteindre les performances souhaitées d'un procédé ou d'un produit [2].

III.2 Principes Fondamentaux des Plans d'Expériences

III.2.1 Facteurs, niveaux et réponses :

III.2.1.1 Facteur:

Les facteurs sont les variables contrôlées et modifiées lors d'une expérience pour observer leur effet sur les résultats. Ils représentent les paramètres du système, tels que la température, la concentration ou le type de matériau.

On distingue deux types de facteurs :

- Quantitatifs : variables mesurables sur une échelle numérique (ex. température en °C).
- Qualitatifs : variables catégorielles, comme la présence d'un additif ou le type de catalyseur

III.2.2 Niveaux

Les niveaux correspondent aux différentes valeurs fixées pour chaque facteur durant l'expérimentation.

• Domaine d'étude : il s'agit de l'intervalle de variation d'un facteur, généralement défini par un niveau bas (ex. : -1) et un niveau haut (ex. : +1).

- Nombre de niveaux :
- Plans à deux niveaux : chaque facteur prend deux valeurs, utiles pour repérer les effets principaux.
- Plans à plusieurs niveaux : les facteurs prennent plus de deux valeurs, ce qui permet de détecter des effets non linéaires.

III.2.3 Réponses :

La réponse désigne la variable mesurée après chaque essai, reflétant l'effet des facteurs sur le système étudié. Elle permet d'évaluer les performances ou les résultats obtenus.

Exemples: rendement, durée de réaction, qualité finale, taux de conversion, volume de biogaz généré, etc

III.2.4 Effets:

- Effets principaux: Influence directe.

- Effets d'interactions : Influence combinée.

III.2.5 Types de plans d'expérience :

L'objectif principal des plans d'expériences (DoE) est de choisir les points d'expérimentation où la réponse sera mesurée. Le choix du plan dépend de plusieurs critères : le type de variables (quantitatives ou qualitatives), la nature de l'expérience (procédé ou mélange), le nombre de variables, l'étendue de l'étude, ainsi que les contraintes associées aux variables. Il existe plusieurs types de plans d'expériences, mais seulement quatre sont principalement utilisés dans la méthodologie de surface de réponse (RSM): le plan composite central (CCD), le plan de Box-Behnken (BBD), le plan factoriel complet et les plans optimaux.

III.2.5.1 Le plan composite central (CCD):

Le plan composite central (CCD) est un type de plan d'expérience utilisé en méthodologie de surface de réponse (RSM) pour modéliser et optimiser des procédés comportant plusieurs variables. Il combine un plan factoriel à deux niveaux, des points centraux et des points axiaux afin de détecter les effets linéaires, d'interaction et quadratiques. Le CCD permet ainsi d'explorer la courbure des réponses et de déterminer les conditions optimales avec un nombre d'expériences raisonnable. Ce plan est particulièrement adapté aux procédés complexes comme la digestion anaérobie, où plusieurs paramètres interagissent simultanément.

III.2.5.2 Le plan de Box-Behnken (BBD) :

Le plan de Box-Behnken (BBD) est un plan d'expérience utilisé en méthodologie de surface de réponse (RSM) pour modéliser les effets quadratiques et interactions entre plusieurs facteurs. Il se caractérise par un nombre réduit de points expérimentaux, sans inclure les combinaisons extrêmes, ce qui le rend particulièrement adapté aux procédés sensibles ou coûteux à étudier. Le BBD permet une bonne estimation des coefficients du modèle tout en limitant le nombre d'expériences nécessaires, ce qui en fait un outil efficace pour optimiser des procédés complexes comme la digestion anaérobie.

III.2.5.3 Le plan factoriel complet :

Le plan factoriel complet est une méthode d'expérimentation où toutes les combinaisons possibles des niveaux des facteurs étudiés sont réalisées. Chaque facteur est testé à différents niveaux (généralement deux ou trois), et toutes les combinaisons sont prises en compte, permettant ainsi d'évaluer les effets principaux et toutes les interactions entre les facteurs. Bien que très complet et précis, ce plan peut devenir rapidement volumineux lorsque le nombre de facteurs augmente, ce qui peut rendre les expérimentations longues et coûteuses.

III.2.5.4 Les plans optimaux :

Les plans optimaux sont des plans d'expérience conçus pour maximiser l'efficacité des essais tout en s'adaptant aux contraintes spécifiques du système étudié. Ils sont générés par des algorithmes qui sélectionnent un sous-ensemble d'expériences parmi un grand nombre de combinaisons possibles, en optimisant un critère statistique, comme la **D-optimalité**, qui vise à minimiser la variance des estimations des paramètres du modèle. Ces plans sont particulièrement utiles lorsque certaines combinaisons de facteurs sont impossibles ou coûteuses à tester, permettant ainsi de réduire le nombre d'expériences tout en garantissant la qualité des résultats.

III.3 Avantages de l'utilisation des Plans d'Expériences en Génie de l'Environnement :

- Optimisation des procédés de dépollution.
- Réduction du nombre d'essais.
- Évaluation de la robustesse des procédés.
- Identification rapide des paramètres critiques.

III.4 Outil Design Expert

Design Expert est un logiciel spécialisé dans la conception d'expériences (Design of Experiments – DoE) et l'analyse statistique des résultats expérimentaux. Il est largement utilisé pour optimiser des procédés complexes en modélisant les relations entre les variables indépendantes (facteurs) et les réponses mesurées. Grâce à ses fonctionnalités avancées, *Design-Expert* permet de générer des plans d'expériences efficaces, d'identifier les facteurs significatifs, d'analyser les interactions entre les variables, et de construire des modèles

prédictifs. Il facilite également la visualisation des résultats à travers des graphiques tridimensionnels, des courbes de réponse et des analyses de variance (ANOVA). Dans le cadre de l'optimisation de la digestion anaérobie, cet outil est particulièrement utile pour évaluer simultanément l'effet de plusieurs paramètres sur la production de biogaz et pour déterminer les conditions optimales de fonctionnement.[53]

III.5 Principe de la méthodologie de surface de réponse (MSR)

La méthodologie de surface de réponse (*Response Surface Methodology*, RSM) est une approche statistique utilisée pour modéliser et optimiser les procédés influencés par plusieurs variables. Elle repose sur la construction de modèles mathématiques, généralement polynomiaux, qui décrivent la relation entre les facteurs étudiés (variables indépendantes) et la ou les réponses mesurées (variables dépendantes).

L'objectif principal de la MSR est de déterminer les conditions expérimentales optimales conduisant à une réponse maximale ou minimale, tout en identifiant les interactions significatives entre les variables. Pour cela, des plans d'expériences spécifiques, tels que le plan central composite (CCD) ou le plan de Box-Behnken, sont souvent utilisés.

La RSM permet également de représenter graphiquement la surface de réponse à travers des courbes de niveaux (*contour plots*) et des surfaces tridimensionnelles, facilitant ainsi l'interprétation des résultats et la prise de décision. Dans le contexte de la digestion anaérobie, cette méthodologie est précieuse pour optimiser la production de biogaz en tenant compte de l'effet combiné de plusieurs paramètres opératoires.[54]

III.5.1 Avantages et limites de la méthode MSR

La méthodologie de surface de réponse (MSR) présente de nombreux avantages dans l'optimisation des procédés complexes :

- Optimisation simultanée de plusieurs facteurs : Elle permet d'évaluer l'effet combiné de plusieurs variables indépendantes sur une ou plusieurs réponses, ce qui n'est pas possible avec la méthode OFAT.[53]
- **Réduction du nombre d'expériences** : Grâce à des plans expérimentaux bien structurés, la MSR minimise le nombre d'essais nécessaires, réduisant ainsi le temps et les ressources consommés.[55]

- Identification des interactions : Elle met en évidence les interactions entre facteurs, souvent négligées dans les approches classiques, mais cruciales dans les systèmes biologiques.
- Modélisation prédictive : Les modèles mathématiques générés permettent de prédire le comportement du système dans différentes conditions expérimentales.[54]
- Visualisation intuitive : Les courbes de réponse et les surfaces 3D facilitent l'interprétation des résultats et la détermination des conditions optimales.[53]

Cependant, la RSM présente également certaines limites :

- Validité locale des modèles : Les modèles polynomiaux sont souvent valables uniquement dans l'intervalle étudié ; leur extrapolation en dehors de cette plage peut conduire à des erreurs.[54]
- Complexité des calculs : L'analyse statistique et la modélisation nécessitent une bonne maîtrise des outils logiciels et des concepts statistiques.[53]
- **Hypothèses sous-jacentes** : La RSM repose sur des hypothèses (normalité, linéarité, indépendance des erreurs, etc.) qui, si elles ne sont pas respectées, peuvent affecter la validité des résultats.[54]

III.5.2 Applications de la RSM dans la digestion anaérobie

La méthodologie de surface de réponse (MSR) est largement utilisée dans le domaine de la digestion anaérobie pour optimiser les conditions opératoires et maximiser la production de biogaz, en particulier le méthane (CH₄). Ce procédé biologique étant influencé par de nombreux paramètres interdépendants, la MSR offre un cadre méthodologique efficace pour comprendre l'effet combiné de ces facteurs et pour identifier les conditions optimales de fonctionnement.

Parmi les paramètres fréquemment étudiés à l'aide de la MSR, on retrouve :

- Le rapport inoculum/substrat (I/S) : qui influence directement l'équilibre microbien et la vitesse de dégradation.
 - Le pH initial : qui affecte l'activité des micro-organismes méthanogènes.
- La température : qui joue un rôle clé dans la cinétique de digestion (psychrophile, mésophile, thermophile).

• La concentration du substrat ou sa dilution : qui détermine la charge organique appliquée au système.

Des études ont montré que la MSR permet non seulement d'optimiser la production de biogaz, mais aussi de modéliser des réponses secondaires telles que la demande chimique en oxygène (DCO) résiduelle, le taux de dégradation des solides volatils ou encore la stabilité du processus. Elle est également utile pour comparer différents substrats (déchets agricoles, boues d'épuration, effluents agroalimentaires, etc.) ou co-substrats en co-digestion.

En somme, l'application de la MSR dans la digestion anaérobie constitue un outil puissant pour orienter les choix techniques, améliorer les rendements énergétiques, et faciliter le passage à l'échelle industrielle dans le contexte de la valorisation des déchets organiques.[53]

Partie Expérimentale

Chapitre IV Matériels et méthode

Chapitre IV : Matériels et méthode

IV.1 Introduction

Ce chapitre décrit les réacteurs contenant les échantillons, les dispositifs expérimentaux utilisés pour réaliser les tests, ainsi que toutes les méthodes analytiques classiques, protocoles et techniques utilisés dans cette étude dans le but de déterminer les paramètres liés aux boues et au substrat utilisés, ainsi que le mesure du Potentiel méthanogène (BMP) des déchets en question (tomates) pour savoir si nous pouvons produire du biogaz en mélangeant les boues avec des déchets alimentaires ? . La recherche a été menée au laboratoire de recherche sur le médicament et le développement durable (Remeed) Université Salah Boubnider Constantine 3,

IV.2 Matériels utilisés

IV.2.1 Appareillage

Bain-marie

Les capsules en porcelaine

Réacteur "bouteille en verre de 120 ml"

Agitateur magnétique

PH mètre

Four à moufle

Robot mixeur

Pompe sous vide

Centrifugeuse traditionnelle

Etuve

Digesteur de DCO

Balance de précision

Dessiccateur

IV.2.2 Produits chimiques et réactifs utilisés

Tableau IV.1: Produits chimiques et réactifs utilisés

Nom chimique	Formule chimique	Etat physique		
Chlorure d'ammonium.	NH ₄ Cl	Solide		
Chlorure de Calcium	CaCl ₂	Solide		
Nitrate de sodium	NO ₃ Na	Solide		
Dihydrogénophosphate de potassium	KH ₂ PO ₄	Solide		
Sulfate de magnésium heptahydraté	MgSO ₄ .7H ₂ O	Solide		
Acide sulfurique	H ₂ SO ₄	Liquide		
Hydroxyde de potassium	КОН	Solide		
Hydroxyde de sodium	NaOH	Solide		
Dichromate de potassium	K ₂ Cr ₂ O ₇	Solide		
Sulfate de mercure (II)	HgSO ₄	Solide		
Acide chlorhydrique	HCL	Liquide		
Sulfate d'ammonium de fer (II)	(NH ₄) ₂ Fe (SO ₄) ₂ · 6H ₂ O	Solide		
Sulfate d'argent	$\mathrm{AG_2SO_4}$	Solide		

IV.3 Description des échantillons

Inoculum : L'inoculum utilisé dans le cadre de ce mémoire est une boue issue de la station d'épuration (STEP) des eaux usées, située dans la commune de Oued El Athmania, wilaya de Mila, en Algérie. Le prélèvement a été effectué au niveau de la ligne de retour, en aval du traitement. Secondaire. Avant son utilisation, la boue a été concentrée par décantation gravitaire simple, suivie de l'élimination du surnageant. Cette étape permet de réduire la teneur en eau de la boue et d'augmenter ainsi la concentration en micro-organismes, améliorant son efficacité comme inoculum.

IV.3.1 Adaptation de l'inoculum

Les boues sont d'abord incubées seules. Pendant 15 jours dans des flacons de sérum hermétiquement fermés et conservés à température ambiante. La température est de 35°C.



Figure IV.1: Adaptation de l'inoculum

IV.4 Substrat

Dans cette expérience, nous avons utilisé des tomates gâtées « déchets » comme substrat, car elles sont riches en eau (90–95 %) et contiennent des sucres simples (glucose, fructose)[56], qui se décomposent facilement. On le presse bien à l'aide d'un robot mixeur et Centrifugeuse traditionnelle.



Figure IV.2: Robot mixeur



Figure IV.3: Centrifugeuse traditionnelle

IV.5 Régime de température

La digestion anaérobie peut être réalisée sous différentes gammes de température, à savoir les régimes psychrophiles (basses températures), mésophiles (environ 35 °C), thermophiles

(environ 55 °C) et hyperthermophiles (jusqu'à 70 °C).[57] Parmi ces régimes, les conditions mésophiles sont les plus couramment employées, en raison de leur moindre exigence énergétique et de la stabilité accrue du processus qu'elles confèrent, comparativement aux conditions thermophiles. Dans le cadre de cette étude, les réacteurs ont été opérés à une température constante de 35 °C, correspondant au régime mésophile.





Figure IV.4: étuve

Figure IV.5: bain marie

IV.6 Principe de mesure du Potentiel méthanogène (BMP)

La mesure du potentiel méthanogène consiste à incuber un substrat organique en présence d'un inoculum riche en micro-organismes anaérobies, dans des conditions contrôlées (température, pH) [58], et en absence totale d'oxygène. Le méthane produit par la digestion anaérobie est collecté et quantifié. Le principe repose sur l'incubation d'un échantillon représentatif de déchets avec un inoculum anaérobie, suivie de la mesure de la production de méthane à travers le volume de biogaz généré, l'analyse de sa composition et la caractérisation de l'échantillon : matière sèche (MS), matière organique (MO) pour les échantillons solides, et demande chimique en oxygène (DCO) pour les échantillons liquides.

Les essais sont réalisés dans des réacteurs anaérobies de 120 ml, hermétiquement fermés et maintenus à une température stable de 35 °C dans une étuve. L'inoculum utilisé est frais, préincubé dans les mêmes conditions expérimentales, afin d'éliminer toute charge organique résiduelle. La production de biogaz est mesurée par l'augmentation de la pression dans le réacteur, tandis que la composition du biogaz est déterminée par chromatographie en phase gazeuse.



Figure IV.6: Réacteur Batch

Les réacteurs batch sont répartis comme suit :

- Réacteurs Blanc : ce sont des réacteurs qui contiennent uniquement d'inoculum (boues secondaire), la quantité du substrat est remplacée par de l'eau distillée. La production de biogaz est liée à la dégradation résiduelle de l'inoculum.
- Réacteurs mélange boue et substrat : Ce sont des réacteurs contenant l'inoculum et le substrat en quantités précises et 5 ml de solution nutritive. Conformément à une matrice qui définit les proportions, la dilution et le pH, ces facteurs constituant les principales variables utilisées pour calculer le volume de chaque flacon. De l'eau distillée est ajoutée afin de maintenir le volume de réaction. Le volume total du réacteur est de 120 ml, dont 90 ml sont remplis, le volume restant est réservé à la collecte du biogaz.

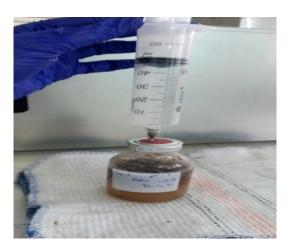


Figure IV.7: Réacteurs du mélange (substrat et à boues)

IV.7 Préparation d'expérience

- Apporter les boues et le laisser pour adapter
- Apporter les tomates et les presser.

- Calculer les TS et les TVS pour préparer la matrice qui détermine le volume de tomate et de lisier dans chaque bouteille.
- Préparer des bouteilles de 120mL et les remplir jusqu'à 90 ml avec le substrat, l'inoculum et 5ml de solution nutritive. Voir Tableau IV.2
- Ajuster le pH de chaque bouteille de 6 à 8 selon la matrice. L'ajustement se fait à l'aide de l'acide chlorhydrique pour baisser le pH et de l'hydroxyde de sodium pour l'augmenter. Et La mesure a été réalisée à l'aide d'un pH-mètre
- \bullet Fermer les bouteilles avec des bouchons en caoutchouc et en aluminium, puis les placer dans un bain-marie ou étuve à 35 °C.
- Laisser les bouteilles dans le bain-marie pendant 60 à 70 jours, voire plus, car la durée dépend de l'arrêt de la production de biogaz, c'est-à-dire l'arrêt de la digestion anaérobie.
- Mesurer quotidiennement le volume de biogaz et de méthane avec secouant les bouteilles.
- A la fin de l'incubation, on ouvre les bouteilles et on détermine les paramètres responsables de la dégradation pH, TA, TAC, DCO. TS et TVS. Et connaître les meilleures conditions pour la meilleure production de biogaz,

Tableau IV.2: Composition de la solution en nutriments et éléments traces

Nutriments et éléments traces	Concentration (g/l)		
NH ₄ Cl	1,4		
CaCl ₂	0,04		
NO ₃ Na	2		
KH ₂ PO ₄	1,25		
MgSO ₄ .7H ₂ O	0,5		

IV.8 La mesure de volume du biogaz

Le biogaz produit dans chaque bouteille est mesuré chaque 24heures à l'aide d'une seringue de 60 ml Ensuite, nous déterminons la composition du CH4 dans le gaz comme suit :

• L'analyseur de gaz :

On utilise l'analyseur BIOGAS 5000 de la marque Geotech : BIOGAS 5000 de la société Geotech est utilisé pour mesurer avec précision la teneur en méthane (CH₄) dans le biogaz. Il s'agit d'un appareil de mesure portable spécialement conçu pour surveiller la composition du biogaz, équipé de technologies de détection haute performance telles que la spectroscopie infrarouge non dispersive (NDIR) pour la détection du CH₄ et du CO₂, ainsi que de capteurs électrochimiques pour l'O₂ et le H₂S. À l'aide d'une seringue, un volume déterminé de biogaz, généralement 30 ml, est prélevé. Le biogaz est ensuite introduit dans l'appareil via un tube d'entrée, ce qui permet un échantillonnage automatique du gaz. Après une courte phase de stabilisation, l'appareil affiche sur son écran les concentrations volumiques des différents composants, y compris le CH₄, le CO₂ et l'oxygène. Cet appareil est considéré comme l'une des méthodes les plus précises et les plus fiables pour évaluer la qualité du biogaz et surveiller les performances du processus de digestion anaérobie. Figure IV.8.



Figure IV.8: Analyseur de biogaz

• Solution de KOH:

Si le volume de gaz prélevé est inférieur à 30 ml, on utilise une solution de KOH. On prend un certain volume du biogaz produit par l'une des bouteilles on le note (V1) que nous injectons dans une autre bouteille contenant Solution de KOH et quelques gouttes de phénophtaléine. Ensuite, nous agitons ce dernier manuellement pendant 2 à 3 minutes jusqu'à ce que le dioxyde de carbone soit complètement libéré. Qui est absorbé par la solution de KOH. Ensuite, nous mesurons le CH4 présent dans la bouteille de KOH en réinsérant la seringue vide

dans la bouteille comme indiqué sur la figure suivante et nous symbolisons son volume par (V2). Voir Figure IV.9.



Figure IV.9: Solution de KOH

Le rapport V2/V1 nous donne la composition du CH4 dans le biogaz. La composition de biogaz est calculée selon la relation suivante :

La composition
$$\% = \frac{V2 \times 100}{V1}$$

V1:: volume du biogaz produit

V₂:: volume de CH4

IV.9 Méthodes analytiques de calcul des paramètres

IV.9.1 Détermination des caractéristiques des substrats et Inoculum

Tous les paramètres ont été déterminés par les méthodes standards utilisées dans le traitement des eaux (Standard Methods for Water and Waste water Analysis 1998)

IV.9.2 Matières sèches (TS) et Matières volatiles (TVS)

IV.9.2.1 Matières sèches (TS)

Pour déterminer la matière sèche dans l'échantillon, nous suivons les étapes suivantes :

- Nous préparons un creuset vide et propre, puis nous le pesons. C'est la masse "M0". Ensuite, nous le remplissons avec 10 ml de l'échantillon et nous le pesons de nouveau. C'est la masse "M1".
- Nous plaçons ensuite le creuset dans un four à 105 °C pendant 24 heures. Après séchage, nous le sortons et le laissons refroidir légèrement dans un dessiccateur.

• Nous le pesons ensuite à nouveau ; c'est la masse "M2".

La matière sèche est ensuite calculée selon la formule suivante :

TS (g l) =
$$\frac{(M2 - M0) \times 1000}{(M1 - M0)}$$

IV.9.2.1.1 Matières volatiles (TVS):

Après le séchage, les creusets sont placés dans un four à 550 °C pendant 2 heures.

Après calcination, ils sont laissés à refroidir dans un dessiccateur, puis pesés. La matière volatile est calculée selon la formule suivante :

TVS
$$(g/l) = \frac{(M2-M0) - (M3-M0) X1000}{(M1-M0)}$$

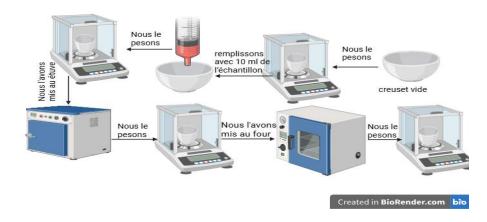


Figure IV.10: Schéma de Matières sèches (TS) et Matières volatiles (TVS)

IV.10 Dosage du TA et TAC

Détermination de l'alcalinité partielle (TA) et de l'alcalinité totale (TAC) :

L'alcalinité totale permet d'estimer les concentrations en hydroxydes, carbonates et hydrogénocarbonates de métaux alcalins ou alcalino-terreux, qui confèrent au fermenteur sa capacité tampon vis-à-vis des acides organiques et des acides gras volatils. L'alcalinité partielle (TA) et l'alcalinité totale (TAC ou ATC) sont déterminées par titrage manuel à l'aide d'un pH-mètre, en ajoutant progressivement une solution étalon d'acide chlorhydrique (HCl) à 0,01 mol/L.

Procédure expérimentale :

IV.10.1 Titrage de l'alcalinité TA

- Prélever 25 ml de l'échantillon filtré dans un bécher propre.
- Mesurer et noter le pH initial de l'échantillon.
- Titrage de l'alcalinité partielle (TA) :
- Ajouter goutte à goutte la solution d'HCl 0,01 N jusqu'à atteindre un pH de 6,0.
- Noter le volume d'HCl ajouté (V₁). Ce volume permet de calculer l'TA.

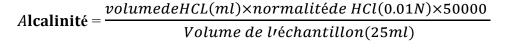
IV.10.2 Titrage de l'alcalinité totale (TAC)

- Poursuivre le titrage en ajoutant la solution d'HCl jusqu'à un pH final de 4,0.
- Noter le volume total d'HCl ajouté (V₂). Ce volume permet de calculer la TAC.

Calculs:

Les résultats sont exprimés en mg de carbonate de calcium (CaCO₃) par litre (mg/L).

Les formules précises de calcul dépendent du volume utilisé, de la normalité de l'acide, et des conversions vers le CaCO₃ équivalent.





Created in BioRender.com bio

Figure IV.11: Schème de dosage du TA et TAC

IV.11 Détermination de la Demande Chimique en Oxygène

Des mesures de la demande chimique en oxygène (DCO) sont réalisées sur des boues issues d'une station d'épuration ainsi que sur les tomates. Conformément à une méthode normalisée, les échantillons sont préalablement dilués au 1/50.

IV.11.1 DCO totale

La matière organique contenue dans l'échantillon est oxydée en milieu acide à l'aide d'acide sulfurique (H₂SO₄), en présence de catalyseurs comme le sulfate d'argent (Ag₂SO₄) et le sulfate mercurique (HgSO₄), ce dernier servant à éliminer les interférences causées par les chlorures. L'agent oxydant utilisé est un excès de dichromate de potassium (K₂Cr₂O₇). Après deux heures de chauffe à 150 °C, suivies d'un refroidissement, la DCO est déterminée par titrage en retour. L'excès de dichromate non consommé est titré à l'aide d'une solution de sel de Mohr [(NH₄) ₂Fe (SO₄) ₂·6H₂O] à une normalité de 0,075 N. Le titrage est effectué en présence de ferroïne, utilisée comme indicateur colorimétrique. La DCO ainsi obtenue est exprimée en mg DCO/gTS. L'incertitude de la mesure est estimée entre 10 et 15 %, principalement en raison des difficultés liées à l'échantillonnage et à l'hétérogénéité des boues.

IV.11.2 DCO soluble

Le processus de détermination de la demande chimique totale en oxygène (COD) suit les mêmes étapes que celui utilisé pour la mesure de la DCO soluble, à la différence que l'échantillon est soumis à une seconde filtration, cette fois à travers un filtre de $0,45~\mu m$, en phase liquide.

$$DCO = \frac{(V1 - V0)XCX8000}{VE}$$

- V1 : volume de réactif utilisé pour l'échantillon (en ml)
- **V0** : volume de réactif utilisé pour le blanc (en ml)
- C : concentration du réactif oxydant (en mol/L ou équivalent)
- 8000 : facteur de conversion (souvent lié à la masse molaire de l'oxygène×1000mL/L).

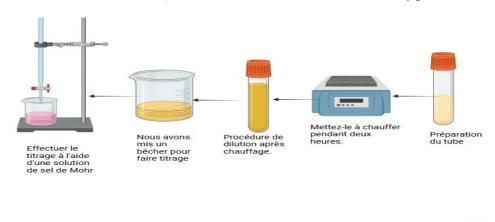


Figure IV.12: Schème de détermination de la demande chimique en oxygène

IV.12 Plan d'expériences selon la méthode Box-Behnken avec la RSM :

Dans cette étude, l'optimisation de la production de biogaz à partir de déchets de tomate a été réalisée en utilisant la méthode des plans d'expériences basée sur la méthodologie des surfaces de réponse (RSM), à travers l'application d'un plan d'expériences Box-Behnken à l'aide du logiciel Design Expert®. Trois paramètres clés susceptibles d'influencer la production de biogaz ont été sélectionnés pour cette optimisation : le pH initial du milieu, le rapport inoculum/substrat (I/S) et le taux de dilution du substrat. Ces paramètres ont été choisis en raison de leur influence directe sur l'activité microbienne et la performance globale du processus de digestion anaérobie.

La méthodologie des surfaces de réponse (RSM) combinée au plan Box-Behnken (BBD) a été appliquée à trois niveaux codés (-1, 0, +1) afin de déterminer les conditions optimales de production de biogaz. Le plan Box-Behnken est un plan expérimental symétrique largement utilisé pour évaluer l'influence significative de plusieurs paramètres expérimentaux ainsi que leurs interactions. Cette approche présente l'avantage d'être économiquement plus avantageuse, car elle permet de réduire le nombre d'expériences nécessaires tout en offrant une excellente opportunité pour l'optimisation des processus.

Pour optimiser le volume de biogaz (mL/g VS), un plan Box-Behnken (BBD) à trois facteurs a été adopté. Ce plan expérimental est particulièrement efficace pour analyser les effets individuels et les interactions entre les variables tout en réduisant le nombre d'essais nécessaires. Le design comprend 15 essais, répartis comme suit : 12 essais correspondant aux différentes combinaisons des niveaux des facteurs, dont 3 répétitions sur un même point de combinaison spécifique, et un seul essai au point central.

Le tableau suivant présente les valeurs attribuées à chaque facteur aux différents niveaux expérimentaux sélectionnés dans le cadre de l'optimisation du processus de digestion anaérobie.

Tableau IV.3: Niveaux des facteurs utilisés dans le plan Box-Behnken pour l'optimisation de la production de biogaz.

Facteur indépendant	Unit	Variable Level			
		-1 (Min)	0	+1 (Max)	
I/S ratio (X ₁)	g VS/g VS	0.16	0.33	0.5	
pH (X ₂)	-	6	7	8	
Dilution	%	0	25	50	

Un modèle prédictif de type **2FI (Two-Factor Interaction)** a été développé afin d'estimer la production de biogaz en fonction des paramètres opératoires. Ce modèle permet de prendre en compte non seulement l'effet individuel de chaque facteur, mais aussi les effets d'interaction entre eux, offrant ainsi des prédictions plus précises et fiables.

L'expression mathématique générale de ce modèle est donnée comme suit :

$$Y = \beta 0 + \beta 1 X 1 + \beta 2 X 2 + \beta 3 X 3 + \beta 12 X 1 X 2 + \beta 13 X 1 X 3 + \beta 23 X 2 X 3 + \epsilon$$

Y représente la variable dépendante, le terme β_0 correspond à la constante du modèle. Les coefficients β_1 , β_2 et β_3 désignent les effets linéaires des trois facteurs indépendants, notés respectivement X_1 (pH), X_2 (rapport Inoculum/Substrat) et X_3 (taux de dilution). Les termes β_{12} , β_{13} et β_{23} représentent les effets d'interaction entre les facteurs deux à deux.

Le tableau suivant présente les valeurs codées et les valeurs réelles des paramètres expérimentaux considérés dans ce plan d'expériences

Tableau IV.4: Matrice Expérimentale et Niveaux des Facteurs selon le Plan Box-Behnken

Ordre		Valeurs rée	els	Valeurs codées		
des Essais	pН	I/S (gVS/gVS)	Dilution (%)	X ₁	X ₂	X 3
1	7	0,16	50	0	-1	+1
2	8	0,33	50	+1	0	+1
3	7	0,33	25	0	0	0
4	6	0,33	00	-1	0	-1
5	6	0,50	25	-1	+1	0
6	8	0,33	00	+1	0	-1
7	8	0,33	00	+1	0	-1
8	8	0,33	00	+1	0	-1
9	8	0,50	25	+1	+1	0
10	6	0,33	50	-1	0	+1
11	6	0,16	25	-1	-1	0
12	7	0,16	00	0	-1	-1
13	7	0,50	50	0	+1	+1
14	7	0,50	00	0	+1	-1
15	8	0,16	25	+1	-1	0

Chapitre V Résultats et discussions

Chapitre V: résultats et discussion

V.1 Introduction

L'optimisation des procédés biologiques, comme la digestion anaérobie, joue un rôle essentiel dans l'amélioration de la performance et du rendement en biogaz. Elle consiste à identifier les conditions opératoires idéales permettant de maximiser la production, tout en assurant une dégradation efficace de la matière organique. Dans ce travail, l'optimisation a été réalisée à travers l'étude de trois facteurs principaux : le pH, la concentration du substrat (constitué de déchets de tomates), et avec de l'eau distillée. Ces paramètres ont été choisis pour leur influence directe sur l'activité microbienne et sur la biodégradabilité du substrat au cours de la digestion anaérobie. L'objectif de cette étude est donc de déterminer les conditions optimales qui favorisent la production maximale de biogaz, en évaluant l'effet individuel et combiné de ces trois facteurs. Cette démarche vise à améliorer l'efficacité du processus de digestion anaérobie et à valoriser au mieux les substrats organiques.

V.2 Première Partie Résultats de la digestion anaérobie en phase mésophile

V.2.1 Caractérisation Substrat et Inoculum

Tableau V.1: Caractéristique de l'inoculum et du déchet

Paramètres caractérisant	Inoculum	Substrat
рН	7,12	4,25
TS (g/l)	48	66
TVS (g/l)	20	65,92
TVS (%)	87,43%	90,55
DCO _t (g/l)	24000	43200
DCO _s (g/l)	14400	38400
TA (mg CaCO3/l)	600	0
TAC (mg CaCO3/1	1100	400

Tableau V.1 montre que le substrat contient une grande quantité de matière organique biodégradable, très favorable pour le processus de digestion anaérobie. Le ratio TVS/TS élevé,

soit 87,43 %, signifie qu'une part importante de la matière organique est facilement convertible en biogaz et, par conséquent, très importante pour la valorisation énergétique.

Le rapport DCO (demande chimique en oxygène) (DCOS/DCOT) de 90,54 % est un paramètre important qui indique la capacité du substrat à soutenir l'activité et la croissance microbiennes.

V.2.2 Résultat de la phase gazeuse de la digestion anaérobie après incubation :

• En termes de biogaz : **Production de biogaz selon les variations de conditions** opératoire

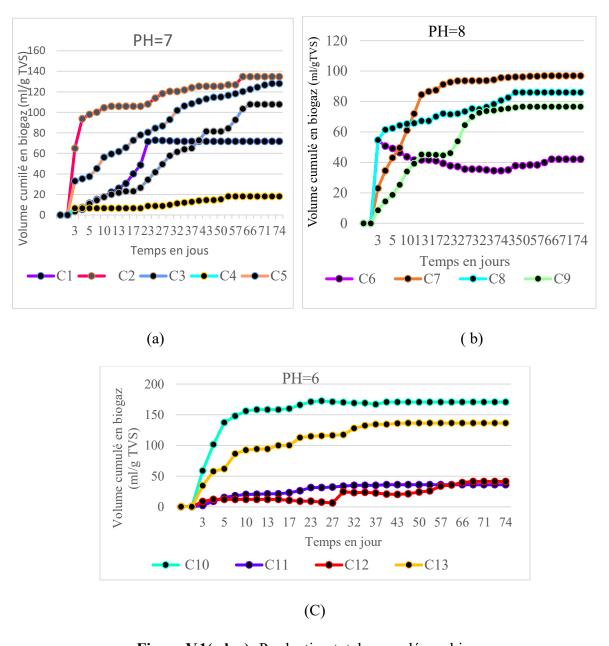


Figure V.1(a,b,c): Production totale cumulée en biogaz

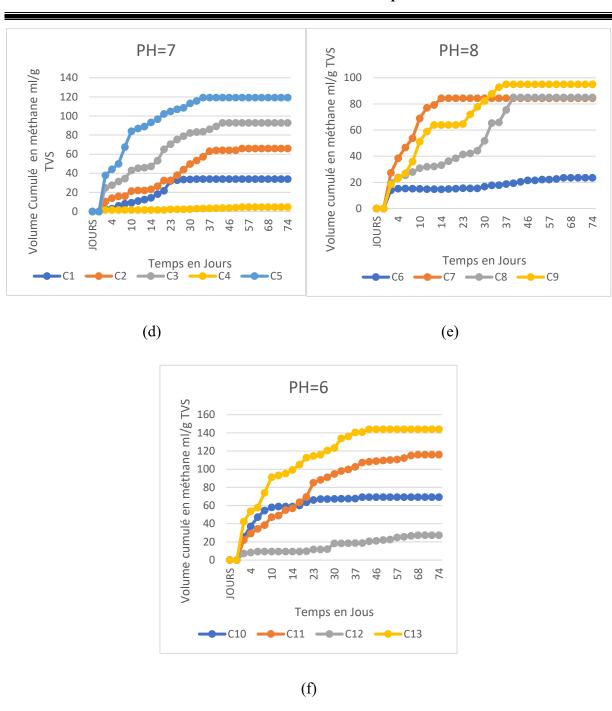


Figure V.2 (d,e,f): Production cumulée en méthane

La Figure V.1 (a,b,c) représente la production totale cumulée de biogaz issue de tests réalisés avec des déchets de tomates, en variant les paramètres clés d'optimisation, notamment le ratio inoculum/substrat de 0,5, 0,33 et 0,16, la dilution de (0%, 50%, 25%), ainsi que le pH à 6, 7 et 8. L'inoculum utilisé était constitué de boues d'épuration, et les tests ont été réalisés sur une période d'incubation de 74 jours. Les points de données sur chaque courbe représentent la production moyenne de biogaz méthane issue de tests en triple.

Dans tous ces essais expérimentaux, le rendement en biogaz était initialement faible au début de la période d'incubation (phase de latence). Cependant, après 3 jours, une augmentation progressive de la production a été observée. Après environ 27 jours, les résultats ont indiqué une stabilisation de la production de biogaz.

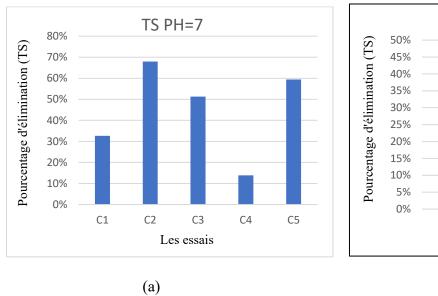
La Figure V.1 (d,e,f) représente la production totale cumulée de méthane issue de tests réalisés avec des déchets de tomates, en variant les paramètres clés d'optimisation, notamment le ratio inoculum/substrat de 0,5, 0,33 et 0,16, la dilution de (0%, 50%, 25%), ainsi que le pH à 6, 7 et 8. les courbent de méthane suit la même allure que celui du biogaz

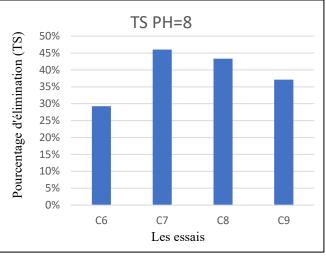
Pour déterminer les conditions optimales favorisant la production maximale de biogaz et de méthane, une analyse de variance (ANOVA) a été appliquée sur la base du plan expérimental et des résultats obtenus selon la méthode Box-Behnken (BBD). Cette analyse a permis d'évaluer la significativité des paramètres de préparation en tant que variables indépendantes et les réponses résultant de ces paramètres.

Tableau V.2: Nomenclatures des paramètres à étudier

Essaie	Paramètres
C1	pH=7 / ratio=0,33/ dilution =25%
C2	pH=7 / ratio=0,5 / dilution =50%
C3	PH=7 / ratio=0,16 / dilution =50%
C4	pH=7 / ratio=0,5 / dilution =0%
C5	pH=7 / ratio=0,16 / dilution =0%
C6	pH=8 / ratio=0,33/ dilution =50%
C7	pH=8 / ratio=0,33 / dilution =0%
C8	pH=8 / ratio=0,5 / dilution =25%
C9	pH=8 / ratio=0,16 / dilution =25%
C10	pH=6 / ratio=0,33 / dilution =50%
C11	pH=6 / ratio=0,33 / dilution =0%
C12	pH=6 / ratio=0,5 / dilution =25%
C13	pH=6 / ratio=0,16 / dilution =25%

• Rendement élimination des TS :





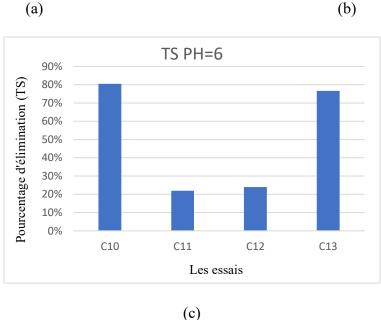


Figure V.3 (a,b,c): Le rendement d'élimination des solides totaux

Le rendement d'élimination des solides totaux (TS) est un indicateur important de l'efficacité du processus de digestion anaérobie.

Le Test C10(pH=6 / ratio=0,33 / dilution =50%) avec un rendement d'élimination des solides totaux atteignant 80 %, ce test démontre une performance relativement satisfaisante. Un pH de 6, bien que légèrement acide, reste dans la plage optimale pour la digestion anaérobie, favorisant ainsi l'activité des micro-organismes méthanogènes et optimisant la dégradation de la matière organique.

Le ratio inoculum/substrat de 0,33, associé à une dilution de 50%, semble également créer un environnement propice à la digestion, en facilitant une meilleure interaction entre les microorganismes et le substrat.

En revanche, le test C4 (pH = 7 / ratio = 0,5 / dilution = 0%) présente un rendement d'élimination très faible (14 %). Bien que le pH de 7 soit neutre, il pourrait ne pas être idéal pour certains micro-organismes méthanogènes, ce qui réduit l'efficacité de la dégradation. De plus, un ratio élevé (0,5) combiné à une absence totale de dilution peut entraîner une concentration excessive de composés inhibiteurs et une surcharge organique, limitant ainsi l'activité biologique et le rendement du processus.

• Rendement élimination des TVS

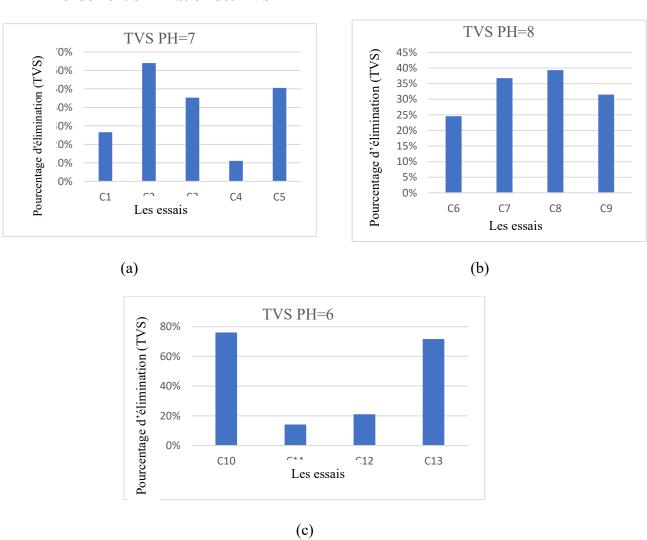


Figure V.4 (a,b,c): Le rendement d'élimination des solides totaux volatil

Les caractéristiques du digestat issu de la digestion anaérobie (DA), présentées en annexe 1, révèlent des variations notables en termes de stabilité du système et de teneur en matière organique. Un pH mesuré à 7,3 indique un milieu favorable, se situant dans la plage optimale pour la digestion anaérobie (6,5 à 7,5). Ce niveau de pH favorise la stabilité des conditions méthanogènes et assure un bon fonctionnement de l'activité microbienne, ce qui contribue à l'efficacité globale du processus.

• Rendement d'élimination de la DCOt:

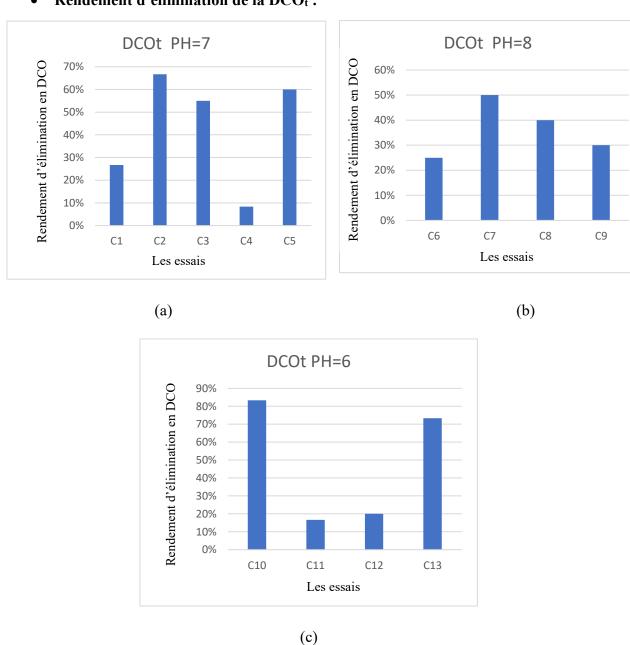


Figure V.5 (a,b,c): Le rendement d'élimination des DCOt

Les tests C10 (pH = 6 / ratio = 0,33 / dilution = 50%), C13 (pH = 6; ratio = 0,16; dilution = 25%) et C2 (pH = 7; ratio = 0,5; dilution = 50%) ont présenté des rendements d'élimination de la DCO totale (DCOt) variant entre 67 % et 83 %, traduisant ainsi une performance globalement satisfaisante du processus de digestion anaérobie.

En revanche, le test C8 (pH = 8 / ratio = 0,5 / dilution = 25%) présente des résultats incohérents, notamment entre les mesures des solides totaux et des solides volatils totaux, ce qui suggère un comportement aléatoire du système dans ces conditions. Ces fluctuations pourraient indiquer une instabilité du milieu ou une perturbation de l'activité microbienne à ce pH élevé.

V.2.3 Valorisation de DCO_s:

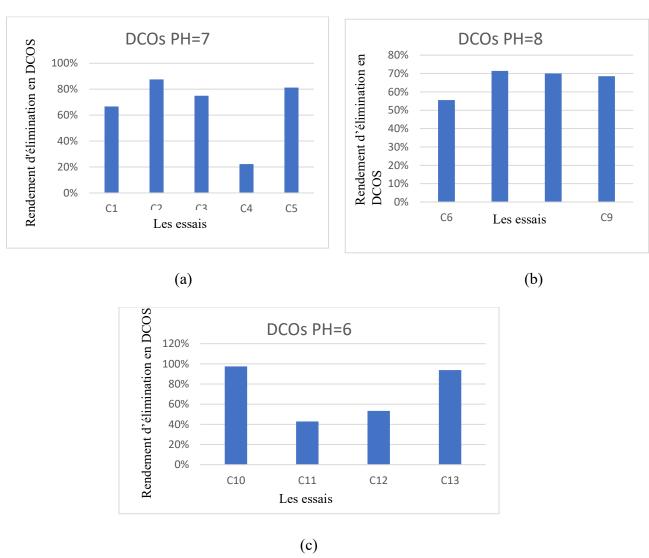


Figure V.6 (a,b,c): Le rendement d'élimination des DCOs

Le rendement d'élimination de la DCO soluble (DCOs) s'est révélé très élevé pour la majorité des tests réalisés, notamment C2 (pH = 7, ratio = 0.5, dilution = 50%), C5 (pH = 7, ratio = 0.16, dilution = 0%), C10 (pH = 6, ratio = 0.33, dilution = 50%) et C13 (pH = 6, ratio = 0,16, dilution = 25%), avec des taux variants entre 88 % et 98 %. Ces résultats traduisent une bonne solubilisation de la matière organique, reflétant ainsi l'efficacité des conditions opératoires appliquées dans ces essais.

V.3 Deuxième Partie : Optimisation des paramètres opératoires de la digestion anaérobie pour la valorisation énergétique de déchets de tomate via un plan Box-Behnken

Ce chapitre présente et analyse les résultats obtenus lors de l'optimisation de la production de biogaz à partir de déchets de tomates.

Dans cette étude, un modèle **2FI (Two-Factor Interaction)** a été adopté afin de prédire la production de biogaz en fonction des trois facteurs analysés : pH initial, ratio inoculum/ substrat (I/S) et dilution du substrat. L'analyse statistique, incluant l'**ANOVA**, a été utilisée pour évaluer la significativité des interactions entre ces facteurs ainsi que l'adéquation globale du modèle (absence de *lack-of-fit*). Les valeurs prédites ont ensuite été comparées aux mesures expérimentales afin de juger de la fiabilité du modèle, illustrée par des graphiques de surfaces de réponse représentant les effets combinés des variables. Enfin, une **optimisation numérique** a été réalisée pour identifier les conditions opératoires optimales (pH, I/S, dilution), suivie d'une validation expérimentale, confirmant que les prédictions étaient statistiquement correctes. [59]

Le tableau V.2 représente les données expérimentales et prédites du rendement en biogaz par gramme de matières volatiles (g VS) pour les deux variables obtenues à partir des expériences planifiées selon la méthode BBD-RSM. Les données expérimentales du rendement en biogaz ont été calculées en divisant les volumes cumulés sur une période de 74 jours par la teneur en matières volatiles (SVT) des déchets de tomate dans chaque réacteur batch.[61]

Ordre		Valeurs réels		Valeurs codées		codées	_	
des Essais	pН	I/S (gVS/gVS)	Dilution (%)	A B C Biogaz (mL/gTVS) (Y)				
							Rendement Expérimental En biogaz	Rendement Prédit en Biogaz
1	7	0,16	50	0	-1	+1	107,77	97,38
2	8	0,33	50	+1	0	+1	42,14	53,53
3	7	0,33	25	0	0	0	71,80	87,76
4	6	0,33	00	-1	0	-1	36,00	30,11
5	6	0,50	25	-1	+1	0	41,32	51,66
6	8	0,33	00	+1	0	-1	89,61	99,90
7	8	0,33	00	+1	0	-1	102,6	99,90
8	8	0,33	00	+1	0	-1	98,77	99,90
9	8	0,50	25	+1	+1	0	86,00	81,73
10	6	0,33	50	-1	0	+1	170,73	167,52
11	6	0,16	25	-1	-1	0	136,36	145,97
12	7	0,16	00	0	-1	-1	128,00	120,29
13	7	0,50	50	0	+1	+1	134,79	123,67
14	7	0,50	00	0	+1	-1	18,15	9,72

Tableau V.3: les données expérimentales et prédites du rendement en biogaz

V.3.1 Analyse du modèle statistique

0,16

25

8

15

Le modèle 2FI associé à la réponse, exprimée en termes de variables codées et de variables réelles, est présenté comme suit :

0

76,68

71,69

L'analyse de variance (ANOVA) a été appliquée pour vérifier la validité statistique et la pertinence du modèle 2FI élaboré pour la prédiction du rendement en biogaz. Les résultats indiquent que le modèle global est hautement significatif, avec une valeur de p< 0,0001, confirmant que les facteurs étudiés exercent un effet notable sur la réponse. Ce constat est conforme aux travaux de Montgomery, qui souligne qu'un modèle est considéré comme fiable lorsque la valeur de p globale est inférieure à 0,05, traduisant une probabilité d'erreur très faible. [62]

L'évaluation des effets individuels montre que les trois paramètres sélectionnés, à savoir le pH initial, le rapport inoculum/substrat (I/S) et le taux de dilution, influencent

significativement la production de biogaz (p<0,05). Parmi eux, le taux de dilution et le rapport I/S présentent des effets plus marqués comparativement au pH, bien que ce dernier soit également significatif. Ce résultat rejoint les observations de Zhang et al [63], qui ont démontré que ces trois paramètres sont critiques pour l'optimisation de la digestion anaérobie

En outre, les interactions entre les facteurs sont particulièrement importantes. L'interaction entre le pH et le taux de dilution s'est révélée être la plus influente sur la production de biogaz, suivie par les interactions entre le rapport I/S et la dilution, ainsi que celle entre le pH et le rapport I/S. Ces observations mettent en évidence l'importance de prendre en compte les effets combinés des paramètres opératoires, et non uniquement leurs effets individuels. Elles sont en accord avec les conclusions de Bouallagui et al [64], qui ont démontré que les interactions entre les paramètres opérationnels influencent de manière significative la stabilité et l'efficacité des procédés de méthanisation.

Par ailleurs, le test du manque d'ajustement n'a pas été significatif (p > 0.05), ce qui démontre que le modèle s'ajuste correctement aux données expérimentales et qu'il est statistiquement valide [65].

Ainsi, ce modèle statistique est fiable pour prédire et optimiser les conditions de production de biogaz dans le cadre de cette étude.

Tableau V.4: Analyse ANOVA – Modèle 2FI pour le Rendement en Biogaz (ml/gTVS)

Source	Somme des carrés	ddl (degrés de liberté)	Carré moyen	Valeur F	Valeur p	Remarque
Modèle	24777,51	6	4129,59	28,77	<0,0001	Significatif
A - pH	1105,15	1	1105,15	7,70	0,0241	
B - I/S	3551,14	1	3551,14	24,74	0,0011	
C - Dilution	4688,96	1	4688,96	32,66	0,0004	
AB	2722,75	1	2722,75	18,97	0,0024	
AC	10996,25	1	10996,25	76,60	< 0,0001	
BC	4683,35	1	4683,35	32,62	0,0004	
Résidu	1148,48	8	143,56			
Manque	1059,37	6	176,56	3,96	0,2152	Non
d'ajustement						significatif
Erreur pure	89,10	2	44,55			
Total corrigé	25925,99	1				

L'analyse de variance (ANOVA) a permis de démontrer la significativité des facteurs étudiés ainsi que de leurs interactions sur la production de biogaz. Afin de compléter cette analyse et de confirmer la validité statistique du modèle, il est nécessaire d'évaluer plusieurs indicateurs de performance, tels que le coefficient de détermination (R²), le R² ajusté, le R² prédit, le coefficient de variation (C.V.) ainsi que la précision adéquate. Ces paramètres permettent d'apprécier la capacité du modèle à représenter fidèlement les données expérimentales et à prédire avec fiabilité les réponses du système.

Tableau V.5: Paramètres Statistiques Décrivant la Précision et la Prédictivité du Modèle.

Résultats statistiques	Y
\mathbb{R}^2	0,9557
R ² ajusté	0,9225
R² prédit	0,8236
Précision adéquate	19,2796
Le coefficient de	
variation	13,41
(C.V%)	

L'évaluation des paramètres statistiques confirme la robustesse et la pertinence du modèle proposé. Le coefficient de variation (C.V.) de 13,41 % reflète une variabilité acceptable, couramment tolérée dans les processus biologiques. Par ailleurs, le coefficient de détermination R², élevé à 95,6 %, indique que le modèle explique la majeure partie de la variabilité des données expérimentales. Cette performance est confirmée par le R² ajusté de 92,2 %, qui prend en compte le nombre de facteurs inclus dans le modèle, évitant ainsi un éventuel surajustement. De plus, le R² prédit, évalué à 82,4 %, témoigne de la capacité du modèle à prédire efficacement de nouvelles réponses dans des conditions expérimentales non encore explorées. Enfin, la précision adéquate, qui atteint une valeur de 19,28, indique que le rapport signal/bruit est largement supérieur au seuil recommandé (>4), assurant une bonne fiabilité des déplacements dans l'espace expérimental. L'ensemble de ces éléments confirme que le modèle 2FI développé est statistiquement solide, prédictif et parfaitement adapté à l'optimisation des paramètres influençant la production de biogaz.

La figure ci-dessous illustre la corrélation entre les valeurs expérimentales et les valeurs prédites de la production de biogaz.

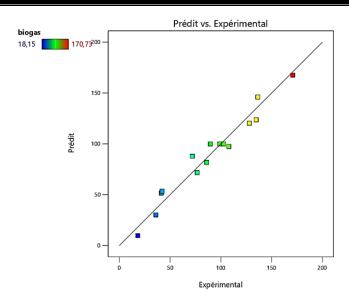


Figure V.7: Comparaison entre les rendements en biogaz prédit et expérimental

Une distribution serrée des points le long de la diagonale indique une excellente concordance entre les résultats observés et ceux calculés par le modèle. Plus les points sont proches de la ligne de régression (ligne d'égalité), plus le modèle démontre une capacité prédictive fiable et précise.

L'échelle de couleur, allant du bleu (valeurs faibles de biogaz) au rouge (valeurs élevées), visualise la répartition des rendements en biogaz. Les points de différentes couleurs restent globalement alignés avec la ligne, confirmant la cohérence des prédictions sur l'ensemble des niveaux de production.

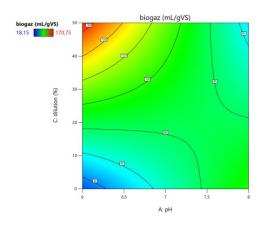
Ainsi, la figure ci-dessus vient renforcer les résultats statistiques obtenus précédemment en validant la performance du modèle 2FI. Elle confirme que le modèle permet une estimation précise et reproductible des rendements en biogaz pour les différentes conditions expérimentales étudiées. La faible dispersion des points par rapport à la ligne d'égalité traduit également une erreur expérimentale modérée.

V.3.2 Analyse des courbes d'isoréponse, des surfaces de réponse en 3D et des graphes de perturbation

V.3.2.1 Les courbes d'isoréponse et les surfaces de réponse en 3D

Afin de visualiser et de mieux comprendre les interactions entre les différents paramètres étudiés, le logiciel Design Expert® a été utilisé pour générer des graphes de contours ainsi que des surfaces de réponse tridimensionnelles. Ces représentations graphiques permettent d'illustrer l'effet combiné des facteurs et de localiser précisément les conditions optimales de production de biogaz.

V.3.2.2 Effet du pH et de la dilution sur la production de biogaz



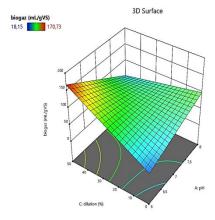


Figure V.8: Les courbes d'isoréponse et les surfaces de réponse en 3D d'interaction (AC)

L'étude de l'influence du pH (facteur A) et de la dilution (facteur C) sur la production de biogaz (mL/gVS) a été réalisée à l'aide du logiciel Design-Expert. Les résultats sont représentés sous forme de graphique de contour (a) et de surface 3D (b) dans Figure V.4 .

Le graphe de contour (a) montre les différentes zones de production de biogaz en fonction du pH et de la dilution. On remarque que la production maximale de biogaz, qui atteint environ 170 mL/gVS, est obtenue lorsque le pH est proche de 6,1 et que la dilution est autour de 50%. En revanche, la production est beaucoup plus faible, autour de 18 mL/gVS, lorsque le pH est bas (environ 6) et que la dilution est très faible (proche de 0%)

Ces résultats sont corroborés par **la surface 3D (b)**, qui illustre de manière plus visuelle la montée progressive de la production de biogaz en fonction de l'augmentation conjointe du pH et de la dilution. Cependant, un pH trop élevé (> 7,5) semble défavorable, quelle que soit la dilution, suggérant que les microorganismes impliqués dans la digestion anaérobie sont plus actifs dans des conditions légèrement acides.

(b)

18,15 170,73 3D Surface biogas (mL/gVS) 0.415 0.415 0.265 0.16 0.16 0.16 0.17 0.75 0.819

V.3.2.3 Effet du inoculum/substrat et du pH sur la production de biogaz

Figure V.9: Les courbes d'isoréponse et les surfaces de réponse en 3D d'interaction (AB)

Le graphe de contour (a) et la surface 3D(b) dans Figure V.5 la représentent l'effet combiné du pH (facteur A) et du rapport I/S (facteur B) sur la production de biogaz.

- Le graphe de contour montre que la production maximale (environ 144,77 mL/gVS) est obtenue pour un pH proche de 6 et un rapport I/S faible (0,16).
- À l'inverse, lorsque le pH augmente au-delà de 7 et que le rapport I/S augmente (jusqu'à 0,5), la production de biogaz diminue progressivement.
- La surface 3D (b) confirme visuellement cette tendance avec une surface inclinée vers le bas à mesure que les deux facteurs augmentent.
- Ces résultats montrent que les meilleures performances sont obtenues avec une valeur basse du rapport I/S et un pH légèrement acide, conditions qui favorisent l'activité des microorganismes anaérobies.

V.3.2.4 Effet du rapport I/S et de la dilution

(a)

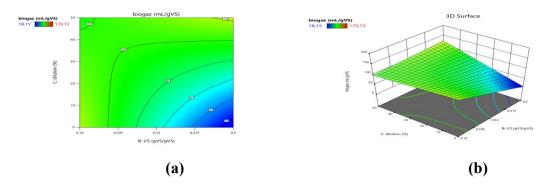


Figure V.10: Les courbes d'isoréponse et les surfaces de réponse en 3D d'interaction (BC)

Figure V.6 qui contient le graphe de contour (a) et la surface 3D (b) illustre l'effet combiné du rapport Inoculum/Substrat (I/S) et de la dilution sur la production de biogaz.

- La production maximale de biogaz (\sim 109,4 mL/gVS) est observée pour un I/S faible (\approx 0,16 à 0,25) combiné à une forte dilution (\approx 50%).
- Une production minimale (~18 mL/gVS) est enregistrée lorsque le rapport I/S est élevé (≈0,5) et la dilution faible (≈0%).
- La surface 3D montre clairement une pente descendante vers la zone de plus faible rendement, confirmant que ces deux facteurs sont cruciaux.

Cela suggère que pour maximiser la performance, il est préférable de maintenir un faible ratio I/S tout en assurant une dilution suffisante, conditions qui favorisent un bon équilibre microbien et une meilleure biodégradation du substrat.

V.3.3 Les graphes de perturbation

Les graphiques dans Figure V.8 illustrent l'influence de trois facteurs expérimentaux (pH, rapport I/S, dilution) sur la production de biogaz (exprimée en mL/gVS), chaque facteur étant étudié indépendamment autour du point de référence (valeur centrale codée 0).

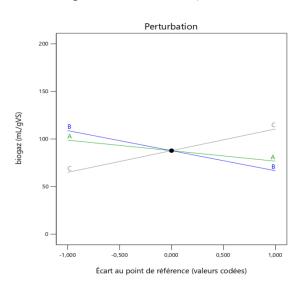


Figure V.11: les graphes de perturbation (A : pH, B : I /S, C : dilution)

Facteur A: pH

• La courbe associée au pH présente une pente légèrement négative autour du point central. Cela signifie qu'une augmentation du pH au-delà de la valeur optimale a tendance à diminuer la production de biogaz, tandis qu'une diminution du pH en dessous de cette valeur centrale a aussi un effet négatif, mais moins marqué.

• En effet, il est bien établi que la production de biogaz est optimale pour un pH compris entre 6,8 et 7,5. Un pH trop bas ou trop élevé inhibe l'activité des bactéries méthanogènes et réduit la production de biogaz [66]

Facteur B: I/S (rapport Inoculum/Substrat)

- La pente de la courbe B est la plus marquée et négative. Cela indique que l'augmentation du rapport I/S (plus d'inoculum par rapport au substrat) diminue significativement la production de biogaz, tandis qu'une diminution de ce rapport l'augmente.
- Cela peut s'expliquer par le fait qu'un excès d'inoculum dilue la matière organique disponible pour la méthanogenèse, alors qu'un rapport trop faible peut conduire à une surcharge et à l'accumulation d'acides gras volatils, inhibant aussi la production de biogaz [67]

Facteur C: dilution

- La courbe C présente une pente légèrement positive. Cela signifie qu'une augmentation du taux de dilution (plus d'eau, substrat plus dilué) a un effet légèrement positif sur la production de biogaz, mais cet effet reste modeste.
- Un taux de dilution optimal permet d'assurer une bonne homogénéité et un transfert de matière efficace, favorisant la production de biogaz. Cependant, une dilution excessive peut aussi réduire la concentration de substrat et donc la production totale de biogaz.

V.3.4 Optimisation de procédé :

L'objectif de cette partie était d'identifier les niveaux optimaux des facteurs afin de maximiser la production de biogaz. Pour atteindre cet objectif, une optimisation numérique des données issues de la méthode RSM a été réalisée à l'aide du logiciel Design-Expert. Les résultats de cette optimisation sont illustrés par les rampes de désirabilité présentées dans la Figure V.9.

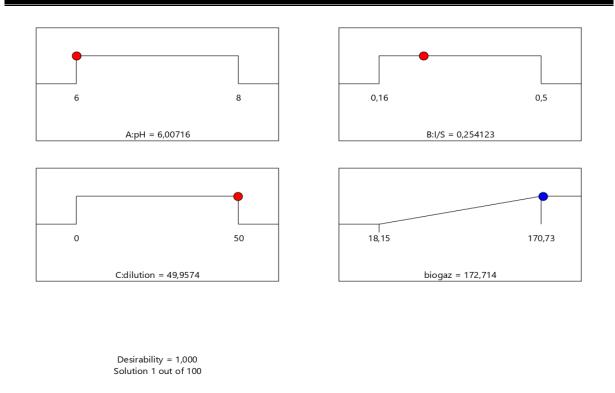


Figure V.12: Les rampes de désirabilité

Lors de l'optimisation numérique, les variables indépendantes ont été explorées dans les plages expérimentales suivantes : de 7 à 8 pour le pH, de 0,16 à 0,5 pour le rapport I/S, et de 0 à 50% pour la dilution. Chaque facteur a été affecté d'un niveau d'importance de 3, tandis que la réponse "production de biogaz" (mL/gVS) a été maximisée avec un niveau d'importance fixé à 5.

Chaque tracé dans le diagramme en rampe Figure V.8 représente une variable ou une réponse. Le marqueur vertical sur l'axe horizontal indique la valeur optimale ciblée, soit un pH de 6,007, un rapport I/S de 0,254 et une dilution de 49,957%, avec une désirabilité globale calculée de 1, confirmant la capacité de ces conditions à maximiser la production de biogaz.

Tableau V.6 résume les résultats de cette optimisation numérique. Sous ces conditions optimales, la **production de biogaz** a été **prédite à 172,714 mL/gVS**.

			•			
Variables	Niveau	Cible	Réponses	Cible	Valeur	Désirabilité
indépendantes	optimal				prédite	
pН	6,007	Dans				
_		l'intervalle				
R apport I/S	0,254	Dans	Rendement	Maximiser	172,714	1.00
	•	l'intervalle	en biogaz		mL/gVS	

(mL/gVS)

(Y)

Tableau V.6: Valeurs optimales et réponses prédites

V.3.5 Conclusion:

Dilution (%)

49,957

Dans l'intervalle

Dans ce chapitre, une approche d'optimisation basée sur la méthodologie de surface de réponse (RSM) a été mise en œuvre afin d'identifier les conditions opératoires optimales pour maximiser la production de biogaz et de méthane. À travers l'analyse des résultats expérimentaux et l'application de l'optimisation numérique via le logiciel Design-Expert, les niveaux optimaux des variables indépendantes (pH, ratio I/S et la dilution) ont été déterminés. Les valeurs prédites indiquent un rendement en biogaz de 884,35 mL/g VS, avec un niveau de désirabilité élevé (1,00), confirmant ainsi la pertinence du modèle développé. Ces résultats mettent en évidence l'efficacité de l'optimisation statistique pour améliorer les performances du processus de méthanisation.

V.4 Résultats de la phase liquide après incubation

Les caractéristiques du digestat issu de la digestion anaérobie (DA), présentées en annexe 1, révèlent des variations notables en termes de stabilité du système et de teneur en matière organique. Un pH mesuré à 7,3 indique un milieu favorable, se situant dans la plage optimale pour la digestion anaérobie (6,5 à 7,5). Ce niveau de pH favorise la stabilité des conditions méthanogènes et assure un bon fonctionnement de l'activité microbienne, ce qui contribue à l'efficacité globale du processus.

La nomenclature des tests effectués lors de l'optimisation des paramètres en variant le pH, Le rapport I/S et la dilution est représenté dans le tableau V.7.

Conclusion générale

Face à l'émergence des défis environnementaux et économiques contemporains, on citera notamment l'augmentation des déchets organiques d'une part et la raréfaction des ressources fossiles d'autre part, il apparaît de plus en plus nécessaire de recourir à des solutions durables et innovantes. À ce titre, la digestion anaérobie devient un axe intéressant à explorer pour valoriser énergétiquement d'une part les déchets organiques et d'autre part réduire fortement leur impact environnemental via la production de biogaz, énergie renouvelable particulièrement riche en méthane. À ce titre, c'est la perspective dans laquelle se situe notre étude dont l'objectif final est de rendre optimal la digestion anaérobie, en plus d'un travail méthodologique rigoureux ayant inscrit dans le plan d'expérience Box-Behnken une interaction à deux facteurs (2FI) afin de prélever dans un nombre d'essais expérimentaux réduit les effets et les interactions de plusieurs facteurs d'exploitation étudiés. À cette fin, les résidus de tomate ont été retenus comme substrat organique en raison de leur disponibilité locale et de leur richesse en substances organiques facilement biodégradables, avec trois variables indépendantes chacune choisies dans trois niveaux : le pH initial (6, 7, 8), le taux de dilution (0 / 25% / 50%), et le rapport de matière organique (TVS) (0,16 / 0,33 / 0.5).

Nous souhaitions analyser l'influence de ces éléments et de leurs interactions sur la production de biogaz. Les résultats expérimentaux ont montré que ces facteurs impactent le rendement de la digestion. Le pH s'est comporté comme un des paramètres les plus sensibles. Contrairement aux résultats attendus dans la littérature, notre étude a montré que le pH acide (6) permet d'atteindre les plus hauts rendements, suggérant une spécificité du système microbien à ce type de substrat. Avec le taux de dilution (25%), un bon équilibre entre concentration du substrat et stabilité du milieu a été obtenu. Concernant le ratio (I/S), la valeur moyenne de 25% s'est montrée être la plus efficace pour maintenir une charge organique suffisante et éviter toute inhibition. Grâce à l'analyse statistique des données expérimentales, et particulièrement à l'analyse de variance (ANOVA), nous avons pu confirmer la pertinence et la qualité prédictive du modèle 2FI retenu, qui nous a permis de ressortir les interactions significatives entre les facteurs, et d'identifier les conditions optimales de fonctionnement en vue d'une meilleure production de biogaz.

De montrer l'efficacité du plan Box-Behnken pour optimiser des procédés biologiques complexes.

De donner des pistes d'application à l'échelle industrielle pour une valorisation durable des biodéchets.

En conclusion, cette étude montre tout l'intérêt d'une méthodologie s'appuyant sur la science expérimentale pour optimiser les procédés de valorisation énergétique. L'utilisation du plan d'expérience Box-Behnken a non seulement permis une amélioration des performances du système, mais également une meilleure compréhension des synergies entre les variables analysées notamment là où les conditions optimales peuvent varier suivant la nature du substrat. Ce travail contribue modestement mais effectivement à la transition énergétique et à l'économie circulaire en mobilisant des ressources locales disponibles et renouvelables.

Perspectives

Les perspectives des travaux à venir visent à :

- ➤ Elargir l'optimisation pour plusieurs substrats
- > Tester optimisation avec plusieurs réponses
- Extrapoler le fonctionnement d'un digesteur en continu du point de vue solubilité,

Biodégradabilité, et économique, afin d'optimiser le rendement en biogaz et d'élaborer des références scientifique et techniques pour l'application de scénarios potentiels à d'autres problématiques.

Références bibliographiques

- [1] « MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES DE MASTER.pdf ». Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://dspace.univ-adrar.edu.dz/jspui/bitstream/123456789/3438/1/M%C3%89MOIRE%20DE%20FIN%20D%27%C3%89TUDES%20DE%20MASTER.pdf
- [2] « Arras MONTRÉAL, LE 6 OCTOBRE 2017.pdf ». Consulté le: 16 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://espace.etsmtl.ca/id/eprint/2008/1/ARRAS Wassila.pdf
- [3] S. Hangri et A. Menai, « Etude expérimentale et modélisation de la Co-digestion des épluchures de pomme de terre mélangées avec déchets vert. »
- [4] N. Gat Mayar, A. Hammadi, M. Hamama, et K. Dr. Bani, « Amélioration de la production en biogaz par un prétraitement acide », 2024, Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur: http://localhost:8080/xmlui/handle/123456789/5983
- [5] « Comment nos déchets contribuent au changement climatique et ce ... », www.google.com. Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.google.com/imgres?imgurl=https://cdn.catf.us/wp-content/uploads/2022/09/03152954/GettyImages-1300144187-1-1400x934.jpg&tbnid=NQ_PPcxa4hPVeM&vet=1&imgrefurl=https://www.catf.us/fr/2022/09/how-our-trash-contributes-to-climate-change/&docid=eBcLsDvc6omj8M&w=1400&h=934&source=sh/x/im/can/1&kgs=6e96ee2141e7ee0e&sfr=vfe
- [6] « Étude de mise en place d'un système de tri sélectif à la source des déchets recyclables ménagers à l'échelle urbaine ». Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://dspace.univ-bba.dz/items/a48fa5f5-5953-469c-b511-b79755f0741f
- [7] « Optimisation De Taux De Charge Organique Moyenne Pour La Digestion Anaérobie Des Déchets Ménagers De La Ville D'adrar ». Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://theses-algerie.com/2550231814970786/memoire-de-master/universite-ahmed-draia---adrar/optimisation-de-taux-de-charge-organique-moyenne-pour-la-digestion-ana%C3%A9robie-des-d%C3%A9chets-m%C3%A9nagers-de-la-ville-d-adrar
- [8] D. A. Arroussi *et al.*, « Amélioration de la production du biogaz à partir des déchets de palmiers dattiers en utilisant un prétraitement par compostage ».
- [9] « Composition moyenne des déchets des centres urbains du Bénin ... », www.google.com. Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.google.com/imgres?imgurl=https://www.researchgate.net/publication/324436878 /figure/fig4/AS:11431281113517070@1673956969026/Composition-moyenne-des-dechets-des-centres-urbains-du-BeninPAGIDF-2011.png&tbnid=hl-H2ysVJwsMmM&vet=1&imgrefurl=https://www.researchgate.net/figure/Composition-moyenne-des-dechets-des-centres-urbains-du-BeninPAGIDF-2011_fig4_324436878&docid=yJSuh0ET9_LR8M&w=850&h=430&source=sh/x/im/can/1&kgs=57ffba421d0d2fab&sfr=vfe
- [10] « Gestion des déchets, un défi industriel et environnemental ... », www.google.com. Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur:

 $https://www.google.com/imgres?imgurl=https://num2.elementsindustriels.fr/wp-content/uploads/2020/06/AdobeStock_239523280-$

1200x800_c.jpeg&tbnid=qzs826KMrU6ZIM&vet=1&imgrefurl=https://elementsindustriels.fr/gestion-des-dechets-un-defi-industriel-et-

environnemental/&docid=3B6EfV0XWMhcvM&w=1200&h=800&source=sh/x/im/can/1&k gs=f72d36949a8c956e&sfr=vfe

[11] « Les déchets non dangereux : de nouvelles matières premières ? », www.google.com. Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur:

https://www.google.com/imgres?imgurl=https://www.ecodrop.net/wp-

content/uploads/2017/05/schema-picto-dechets-non-

dangereux.png&tbnid=4IcJhMx1v4Ob9M&vet=1&imgrefurl=https://www.ecodrop.net/dechets-non-dangereux-valorisation-recyclage-dib-

dnd/&docid=s7tWJ433g1LqOM&w=271&h=487&source=sh/x/im/can/1&kgs=502c42d70e6 4c252&sfr=vfe

[12] « Gestion des déchets industriels spéciaux - Spécialiste des DIS ... », www.google.com. Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur:

https://www.google.com/imgres?imgurl = https://eco-recycling.fr/wp-recycling

content/uploads/2022/02/traitement-dis-

oise.jpg&tbnid=uGCPocyyLYLX8M&vet=1&imgrefurl=https://eco-recycling.fr/nos-solutions/dis-approximation-properties-appro

oise/&docid=k8laxSaVBxrpgM&w=600&h=400&source=sh/x/im/can/1&kgs=b69c441a9ffc650c&sfr=vfe

[13] « composition de collecte melangées - Recherche Google ». Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur:

https://www.google.com/search?sca_esv=11e576cd2babb724&q=composition+de+collecte+melang%C3%A9es&udm=2&fbs=ABzOT_BnMAgCWdhr5zilP5f1cnRvJ3SHQcDVxkdpDyHwlRhdNfno-ClRh0PKqyvFYyTkf1fJOoyi6rL2ScSJ67dNoiLlma6nffqoENgGX1Qo-QK1HEFg3ItZnm6x0TVwu0vcGVKWcexg6trYxsbU4W-

yOXrb9bpvWaw41YIQMMVvZPQCUC4uF8k Itl4JP-

ws_2BXbhez7iRlXdrlvwxTIJdPbtTztOEFA&sa=X&ved=2ahUKEwjAtoLnqvOMAxWngv0HHfStJDIQtKgLegQIFRAB&cshid=1745589488070401&biw=1366&bih=589&dpr=1#vhid=Pv2FCO9OXkcL M&vssid=mosaic

- [14] « Étude de mise en place d'un système de tri sélectif à la source des déchets recyclables ménagers à l'échelle urbaine ». Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://dspace.univ-bba.dz/items/a48fa5f5-5953-469c-b511-b79755f0741f
- [15] « Tiru Produire du biogaz et du compost à partir des déchets Paprec », www.google.com. Consulté le: 25 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.google.com/imgres?imgurl=https://www.paprec.com/wp-content/uploads/2021/10/infographie_valorisation_organique.png&tbnid=cqZJ11rlPkde0M&vet=1&imgrefurl=https://www.paprec.com/fr/l-expertise-tiru/tiru-produire-du-biogaz-et-du-compost-a-partir-des-dechets/&docid=Muht6w4h3--PzM&w=1269&h=549&source=sh/x/im/can/1&kgs=afefe95a1ac2c1fe&sfr=vfe

- [16] Y.-J. Suh et P. Rousseaux, « An LCA of alternative wastewater sludge treatment scenarios », *Resour. Conserv. Recycl.*, vol. 35, n° 3, p. 191-200, mai 2002, doi: 10.1016/S0921-3449(01)00120-3.
- [17] « Composition isométrique de production de biogaz avec digestion anaérobie engrais biocarburant électricité sur fond de couleur illustration vectorielle 3d | Vecteur Gratuite », Freepik. Consulté le: 26 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://fr.freepik.com/vecteurs-libre/composition-isometrique-production-biogaz-digestion-anaerobie-engrais-biocarburant-electricite-fond-couleur-illustration-vectorielle-3d 38753854.htm
- [18] « https://www.researchgate.net/profile/Nicolas-Bernet/publication/284715411_Principes_et_application_de_la_digestion_anaerobie_pour_la _production_d'energie/links/5656c3a508aefe619b1eb291/Principes-et-application-de-la-digestion-anaerobie-pour-la-production-denergie.pdf ».
- [19] « Digestion anaérobie | InfoMetha ». Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.infometha.org/pour-aller-plus-loin/methanisation/digestion-anaerobie
- [20] « https://www.researchgate.net/profile/Noureddine-Hajjaji/publication/311231567_PRODUCTION_DU_BIOGAZ_PAR_DIGESTION_ANAER OBIE_ASPECTS_TECHNOLOGIQUES_ET_ENVIRONNEMENTAUX/links/583fe04b08a e2d217559c53f/PRODUCTION-DU-BIOGAZ-PAR-DIGESTION-ANAEROBIE-ASPECTS-TECHNOLOGIQUES-ET-ENVIRONNEMENTAUX.pdf ».
- [21] T. Ahmed, « Valorisation Energétique par la Production d\'Electricités à Partir de la Digestion Anaérobie de Déchet Organique dans le Milieu Saharien », Thesis, 2019 جامعة غرداية, Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://dspace.univ-ghardaia.edu.dz/xmlui/handle/123456789/118
- [22] A. Abdelkrim, K. Rabhi, et A. / promoteur Tahri, « Optimisation De Temps De Rétention Hydraulique Pour La Digestion Anaérobie Des Déchets Ménagers De La Ville D'Adrar », Thesis, UNIVERSITE AHMED DRAIA- ADRAR, 2021. Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://dspace.univ-adrar.edu.dz/jspui/handle/123456789/5479
- [23] O. US EPA, « How Does Anaerobic Digestion Work? » Consulté le: 26 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.epa.gov/agstar/how-does-anaerobic-digestion-work
- [24] « Composition du biogaz », Nénufar. Consulté le: 27 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://nenufar.fr/composition-du-biogaz/
- [25] « Méthanisation.info Valorisation du biogaz ». Consulté le: 27 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.methanisation.info/valorisation.html
- [26] O. Aurélie, « Composés organiques volatils du silicium : un frein à la valorisation énergétique des biogaz "Genèse et mécanismes de formation" ».
- [27] « Méthanisation.info Valorisation du biogaz ». Consulté le: 28 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.methanisation.info/valorisation.html

- [28] « digestion anaérobie. waste to energy. | biogaz. | eau. | propre. durable. faisable. » Consulté le: 26 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://generizon.com/fr/digestion-anaerobie-maroc/
- [29] « La digestion anaérobie : décryptage d'un processus vital ». Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.hangar-agricole.fr/digestion-anaerobie-processus/
- [30] « Génie Biochimique et Valorisation des Biomolécules Licence Biochimie (2020) », 2020.
- [31] BeClood.com, « La digestion anaérobie des boues ». Consulté le: 29 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.suezwaterhandbook.fr/procedes-et-technologies/traitement-des-boues-liquides/stabilisation-des-boues-liquides/la-digestion-anerobie
- [32] « La méthanisation, vers les transitions énergétique et agricole | WWF France ». Consulté le: 24 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.wwf.fr/champs-daction/climat-energie/transition-energetique/methanisation
- [33] « biologie-digesteurs-guide-2014.pdf ». Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://aile.asso.fr/wp-content/uploads/2020/04/biologie-digesteurs-guide-2014.pdf
- [34] « (PDF) Two-phase anaerobic digestion processes: A review ». Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.researchgate.net/publication/229526851_Two-phase anaerobic digestion processes A review
- [35] « Solid-state anaerobic digestion for methane production from organic waste ScienceDirect ». Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1364032110002224
- [36] V. A. Vavilin, B. Fernandez, J. Palatsi, et X. Flotats, « Hydrolysis kinetics in anaerobic degradation of particulate organic material: An overview », *Waste Manag.*, vol. 28, n° 6, p. 939-951, janv. 2008, doi: 10.1016/j.wasman.2007.03.028.
- [37] « Digestion anaérobie : définition et explications », AquaPortail. Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur:
- https://www.aquaportail.com/dictionnaire/definition/6091/digestion-anaerobie
- [38] « Digestion anaérobie », *Wikipédia*. 2 janvier 2025. Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur:
- https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Digestion_ana%C3%A9robie&oldid=221734225
- [39] « Biochimie et microbiologie de la méthanogenèse Degremont® ». Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.suezwaterhandbook.fr/eau-et-generalites/processus-elementaires-du-genie-biologique-en-traitement-de-l-eau/cultures-bacteriennes-anaerobies/biochimie-et-microbiologie-de-la-methanogenese
- [40] N. Bernet, « Principes et application de la digestion anaérobie pour la production d'énergie », 2015.

- [41] « Méthanisation.info Etapes de la digestion anaérobie ». Consulté le: 26 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.methanisation.info/etapes.html
- [42] P. Weiland, « Biogas production: current state and perspectives », *Appl. Microbiol. Biotechnol.*, vol. 85, n° 4, p. 849-860, janv. 2010, doi: 10.1007/s00253-009-2246-7.
- [43] Y. Chen, J. J. Cheng, et K. S. Creamer, « Inhibition of anaerobic digestion process: A review », *Bioresour. Technol.*, vol. 99, n° 10, p. 4044-4064, juill. 2008, doi: 10.1016/j.biortech.2007.01.057.
- [44] « Méthanisation.info Conditions physico-chimiques ». Consulté le: 24 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://methanisation.info/conditions.html?utm_source=chatgpt.com
- [45] R. Vaca-Paulín, M. V. Esteller-Alberich, J. Lugo-de la Fuente, et H. A. Zavaleta-Mancera, « Effect of sewage sludge or compost on the sorption and distribution of copper and cadmium in soil », *Waste Manag.*, vol. 26, n° 1, p. 71-81, janv. 2006.
- [46] « Rappel PFEM.pdf ». Consulté le: 23 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://elearning.centre-univ-mila.dz/a2025/pluginfile.php/124694/mod_resource/content/1/Rappel%20PFEM.pdf
- [47] S. Poirier, « Inhibitions de la digestion anaérobie : dynamiques écologiques, indicateurs microbiens et stratégies de résistance. Cas du phénol et de l'azote ammoniacal », phdthesis, Institut agronomique, vétérinaire et forestier de France, 2016. Consulté le: 24 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://pastel.hal.science/tel-03383726
- [48] « Memoire Online Etude sur la fermentation méthanique des boues activées de la station d'épuration de Boumerdes en Algérie Mouloud, Mestapha, Saoud MOUSSAOUI, MEHENNAOUI, KACIMI », Memoire Online. Consulté le: 27 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.memoireonline.com/11/13/7708/m_Etude-sur-la-fermentation-methanique-des-boues-activees-de-la-station-d-epuration-de-Boumerdes-en9.html
- [49] « BIODIGESTEUR ANAÉROBIE : DÉFINITION et FONCTIONNEMENT », projetecolo.com. Consulté le: 25 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.projetecolo.com/biodigesteur-definition-et-fonctionnement-1492.html
- [50] « Avantages et inconvénients des traitements biologiques des eaux usées ». Consulté le: 25 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://fr.scienceaq.com/Nature/100109159.html
- [51] N. Bernet, « Principes et application de la digestion anaérobie pour la production d'énergie », 2015.
- [52] « Avantages et inconvénients des traitements biologiques des eaux usées Science 2025 ». Consulté le: 25 mars 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://fr.lamscience.com/proscons-biological-wastewater-treatments
- [53] S. Merabet, A. Bouzaza, M. Bouhelassa, et D. Wolbert, « Modélisation et optimisation de la photodégradation du 4-méthylphénol dans un réacteur à recirculation en présence d'UV/ZnO », *Rev. Sci. Eau J. Water Sci.*, vol. 22, n° 4, p. 565-573, 2009, doi: 10.7202/038331ar.

- [54] « Plans d'expériences », Techniques de l'Ingénieur. Consulté le: 16 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-conception-et-production-tiagc/archive-1/plans-d-experiences-p230/
- [55] « Design–Expert », *Wikipedia*. 28 janvier 2024. Consulté le: 16 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur:
- https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Design%E2%80%93Expert&oldid=1200087078
- [56] « Tomate : valeurs nutritionnelles et caractéristiques », Le Figaro Santé. Consulté le: 23 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://sante.lefigaro.fr/mieux-etre/nutritionaliments/tomate/que-contient-tomate
- [57] A. Aquaportail, « Hyperthermophile : définition et explications », AquaPortail. Consulté le: 17 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur:
- https://www.aquaportail.com/dictionnaire/definition/2275/hyperthermophile
- [58] « Mesure_du_potentiel_methane_BMP_Test.pdf ». Consulté le: 26 avril 2025. [En ligne]. Disponible sur:
- https://www.fsmtoolbox.com/assets/pdf/Mesure_du_potentiel_methane_BMP_Test.pdf
- [59] S. Zeng, X. Yuan, X. Shi, et Y. Qiu, « Effect of inoculum/substrate ratio on methane yield and orthophosphate release from anaerobic digestion of Microcystis spp. », *J. Hazard. Mater.*, vol. 178, n° 1-3, p. 89-93, juin 2010, doi: 10.1016/j.jhazmat.2010.01.047.
- [60] P. Mahanta, « Biogas Digester: A Discussion on Factors Affecting Biogas Production and Field Investigation of a Novel Duplex Digester », janv. 2000, Consulté le: 16 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur:
- https://www.academia.edu/20617187/Biogas_Digester_A_Discussion_on_Factors_Affecting_Biogas_Production_and_Field_Investigation_of_a_Novel_Duplex_Digester
- [61] M. A. Bezerra, R. E. Santelli, E. P. Oliveira, L. S. Villar, et L. A. Escaleira, « Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry », *Talanta*, vol. 76, no 5, p. 965-977, sept. 2008, doi: 10.1016/j.talanta.2008.05.019.
- [62] « (PDF) Design and Analysis of Experiments ». Consulté le: 16 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur:
- https://www.researchgate.net/publication/361342853 Design and Analysis of Experiments
- [63] C. Zhang, H. Su, J. Baeyens, et T. Tan, « Reviewing the anaerobic digestion of food waste for biogas production », *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 38, p. 383-392, oct. 2014, doi: 10.1016/j.rser.2014.05.038.
- [64] H. Bouallagui, « Mesophilic biogas production from fruit and vegetable waste in a tubular digester », *Bioresour. Technol.*, vol. 86, no 1, p. 85-89, janv. 2003, doi: 10.1016/S0960-8524(02)00097-4.
- [65] « Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments, 4th Edition | Wiley », Wiley.com. Consulté le: 16 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: https://www.wiley.com/en-
- us/Response+Surface+Methodology%3A+Process+and+Product+Optimization+Using+Designed+Experiments%2C+4th+Edition-p-9781118916018

[66] « (PDF) STUDY ON THE EFFECT OF pH ON BIOGAS PRODUCTION FROM FOOD WASTE BY ANAEROBIC DIGESTION ». Consulté le: 16 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur:

https://www.researchgate.net/publication/264545493_STUDY_ON_THE_EFFECT_OF_pH_ON_BIOGAS_PRODUCTION_FROM_FOOD_WASTE_BY_ANAEROBIC_DIGESTION

[67] N. Holder, M. Mota-Meira, J. Born, et S. L. Sutrina, « Influence of the substrate to inoculum ratio on the methane yield from the batch anaerobic digestion of river tamarind (*Leucaena leucocephala*) and Guinea grass (*Panicum maximum*) », *Biofuels Bioprod*. *Biorefining*, vol. 16, n° 6, p. 1461-1468, nov. 2022, doi: 10.1002/bbb.2389.

Résumé:

Dans un contexte de transition énergétique et de gestion durable des déchets, cette étude vise à optimiser le processus de digestion anaérobie des résidus de tomates, un substrat organique abondant et biodégradable. L'approche méthodologique adoptée repose sur un plan d'expérience de type Box-Behnken combiné à un modèle d'interaction à deux facteurs (2FI), permettant d'évaluer de manière rigoureuse l'effet de trois variables clés : le pH (6 / 7 / 8), le taux de dilution (0 / 25% / 50%) et le ratio de matière organique volatile (TVS) (0.16 / 0.33 / 0.5).

Les résultats expérimentaux ont mis en évidence une influence significative de ces paramètres sur la production de biogaz. Les meilleures performances ont été obtenues avec un pH de 6, un taux de dilution de 25% et un ratio TVS de 0.33. L'analyse statistique (ANOVA) a confirmé la validité du modèle proposé et la présence d'interactions notables entre les facteurs étudiés. Ce travail permet ainsi de mieux comprendre les conditions optimales de fonctionnement du procédé, et propose un outil de prédiction fiable pour les applications futures. Il contribue aux efforts de valorisation énergétique des biodéchets dans une perspective d'économie circulaire.

Mots clés : Digestion anaérobie, Biogaz, Plan d'expériences (DoE), Ratio substrat/inoculum, Méthane (CH4).

ملخص:

في سياق التحول في مجال الطاقة والإدارة المستدامة للنفايات، تهدف هذه الدراسة إلى تحسين عملية الهضم اللاهوائي لمخلفات الطماطم، وهي ركيزة عضوية وفيرة وقابلة للتحلل الحيوي. وقد اعتمدت منهجية علمية قائمة على تصميم تجريبي لـ -Box الطماطم، وهي ركيزة عضوية وفيرة وقابلة للتحلل الحيوي. وقد اعتمدت منهجية علمية قائمة على تصميم تجريبي (6، Behnken مقترنًا بنموذج تفاعل ثنائي العوامل (F12)، لتقييم تأثير ثلاث متغيرات رئيسية بدقة: الرقم الهيدروجيني (7، 8)، ومعدل التخفيف (0، 5،0.20، 0.5)، ونسبة المواد الصلبة المتطايرة (TVS) (6.0.30، 0.00، 0.00). وقد أظهرت النتائج التجريبية أن هذه المعلمات تؤثر بشكل كبير على إنتاج الغاز الحيوي. وقد لوحظ أفضل أداء عند الرقم الهيدروجيني 6، ومعدل التخفيف 25.0، ونسبة المواد الصلبة المتطايرة 0.33. وقد أكد التحليل الإحصائي (ANOVA) صحة النموذج المقترح، وأبرز التفاعلات ذات المغزى بين العوامل المدروسة. يوفر هذا العمل فهمًا أفضل للظروف التشغيلية المثلى للهضم اللاهوائي، كما يوفر أداة تنبؤ موثوقة للتطبيقات المستقبلية. وتمثل الدراسة مساهمة قيمة في الاستعادة النشطة للنفايات العضوية، ودعم أهداف الاقتصاد الدائري والتنمية المستدامة.

Abstract:

In the context of energy transition and sustainable waste management, this study aims to optimize the anaerobic digestion process of tomato residues, an abundant and biodegradable organic substrate. A scientific methodology based on a Box-Behnken experimental design combined with a two-factor interaction model (2FI) was adopted to rigorously assess the effect of three key variables: pH (6, 7, 8), dilution rate (0 / 25% / 50%), and volatile solids (TVS) ratio (0.16 / 0.33 / 0.5). Experimental results revealed that these parameters significantly influence biogas production. The best performance was observed at pH 6, a dilution rate of 25%, and a TVS ratio of 0.33. Statistical analysis (ANOVA) confirmed the validity of the proposed model and highlighted meaningful interactions between the studied factors. This work provides a better understanding of the optimal operational conditions for anaerobic digestion and offers a reliable predictive tool for future applications. The study represents a valuable contribution to the energetic recovery of organic waste, supporting the goals of circular economy and sustainable development.

Keywords: Anaerobic digestion, Biogas, Design of experiments (DoE). Substrate/inoculum ratio, Methane (CH₄).