

THESE

Présentée pour l'obtention du grade de

DOCTORAT EN SCIENCES

Par

Djaafri Mohammed

**Amélioration de la digestion anaérobie des déchets organiques
dans un digesteur en continu**

Soutenue le :08/10/ 2020

Devant le jury composé de :

Mr. MEROUANI Djilali Reda	Professeur	Univ. Mostaganem	Président
Mr. KALLOUM Slimane	Professeur	Univ. Adrar	Promoteur
Mr. AZIZ Abdallah	Professeur	Univ. Mostaganem	Co-Promoteur
Mr. IDDOU Abdelkader	Professeur	Univ. Adrar	Examineur
Mr. DJAFER Abderrahmane	MCA	Univ. Chlef	Examineur

REMERCIEMENTS	i
LISTE DES FIGURES	iv
LISTE DES TABLEAUX	vi
LISTE DES PHOTOS	vii
LISTE DES ABREVIATIONS	viii
Résumé.....	xi
INTRODUCTION GENERALE.....	1

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LA BIOMASSE

I.1 Introduction.....	5
I.2 Définition de la biomasse.....	5
I.3 Sources de la biomasse	6
I.4 Les différentes générations de la biomasse	7
I.4.1 La biomasse de première génération.....	8
I.4.2 La biomasse de deuxième génération	9
I.4.3 La biomasse de troisième génération	10
I.4.4 La biomasse de quatrième génération	11
I.5 La biomasse lignocellulosique	12
I.5.1 La cellulose	13
I.5.2 Les hémicelluloses	14
I.5.3 La lignine	15
I.6 Les palmiers dattiers (<i>Phoenix dactylifera</i> L.).....	16
I.6.1 Définition des palmiers dattiers (<i>Phoenix dactylifera</i> L.).....	16
I.6.2 Description morphologique du palmier dattier	16
I.6.3 Les palmiers dattiers (<i>Phoenix dactylifera</i> L.) dans le monde.....	18
I.6.4 Les palmiers dattiers (<i>Phoenix dactylifera</i> L.) en Algérie	20
I.6.1 Les palmiers dattiers (<i>Phoenix dactylifera</i> L.) dans la région d'Adrar.....	22
I.6.2 Les déchets du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera</i> L.).....	22
I.7 Valorisation des déchets de palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera</i> L.).....	23
I.7.1 Valorisation générale des déchets de palmier dattier (non énergétique).....	23
I.7.2 Valorisation énergétique des déchets de palmier dattier	27
I.8 Conclusion	31

CHAPITRE II : ÉTUDE THÉORIQUE DE LA DIGESTION ANAÉROBIE

II.1 Introduction.....	33
II.2 Définitions de la digestion anaérobie.....	34
II.3 Le processus de digestion anaérobie (AD).....	35
II.3.1 Désintégration	37
II.3.2 Hydrolyse.....	37
II.3.3 Acidogénèse.....	40

II.3.4 Acétogénèse	41
II.3.5 Méthanogénèse.....	44
II.4 La microbiologie de processus de digestion anaérobie (DA).	47
II.4.1 L'étape de désintégration	49
II.4.2 La microbiologie de l'étape d'hydrolyse	49
II.4.3 La microbiologie de l'étape d'acidogénèse :	50
II.4.4 La microbiologie de l'étape d'acétogénèse.....	50
II.4.5 La microbiologie de l'étape de méthanogénèse :	51
II.5 Facteurs influençant la digestion anaérobie	52
II.5.1 Facteurs physiques	52
II.5.2 Facteurs chimiques.....	58
II.6 Prétraitements de la biomasse lignocellulosique pour améliorer la DA	63
II.6.1 Les méthodes physiques.....	64
II.6.2 Les méthodes chimiques	68
II.6.3 Les méthodes biologiques	70
II.7 Les produits de la méthanisation.....	75
II.7.1 Le biogaz.....	75
II.7.2 Le digestat et ses propriétés fertilisantes -	83
II.8 Conclusion	93

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE III : DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX ET TECHNIQUES D'ANALYSES

III.1 Introduction.....	95
III.2 Les digesteurs.....	96
III.2.1 Dispositif expérimental des réacteurs batchs	96
III.2.2 Dispositif expérimental des réacteurs continus.....	96
III.3 Échantillonnage du substrat	97
III.3.1 Méthode de quantification des déchets de de la variété <i>H'mira</i> dans le secteur d'étude.....	98
III.3.2 La collecte.....	99
III.3.3 Le premier lavage et séchage	100
III.3.4 Le deuxième lavage et séchage	101
III.4 Les prétraitements	102
III.4.1 Prétraitement physique (Broyage).....	102
III.4.2 Prétraitement alcalin pour les digesteurs batchs	103
III.4.3 Pré-traitement alcalin pour les digesteurs continus.....	104
III.5 Préparation de l'inoculum	105
III.5.1 Les analyses bactériologiques	106
III.6 Etude de DA des folioles sans prétraitement chimique dans un digesteur batch.	108
III.7 Etude de DA des folioles en utilisant un prétraitement chimique dans un digesteur batch.	109
III.8 Etude de DA des folioles en utilisant un prétraitement chimique dans un digesteur continu. ..	110

III.9 Méthodes analytiques.....	111
III.9.1 Matière Organique (MO) et Matière Sèche (MS)	111
III.9.2 Le volume de biogaz et du méthane.....	112
III.9.3 Le pH	113
III.9.4 Mesure de titre alcalimétrique complet (TAC)	113
III.9.5 Mesure des acides gras volatiles (AGV)	114
III.9.6 La Demande Chimique en Oxygène (DCO)	114
III.9.7 Analyse lignocellulosique	115
III.9.8 Spectroscopie FT-IR	118
III.9.9 La teneur en Azote totale	118
III.9.10 La teneur en lipides	120
III.9.11 Le rendement en méthane.....	121
III.9.12 Le potentiel théorique de rendement en méthane.....	122
III.9.13 Biodégradabilité	122
CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS	
IV.1 Introduction.....	123
IV.2 Investigation sur terrains et au laboratoire de la variété <i>H'mira</i> dans le secteur d'étude	124
IV.2.1 Poids moyen de chaque type de déchets de palmier dattier	125
IV.2.2 Nombre de chaque type de déchets par palmier dattier	126
IV.2.3 Poids des déchets de chaque palmier dattier	127
IV.2.4 Caractéristiques du substrat de la présente étude (folioles sèches).....	130
IV.2.5 Évaluation de la capacité théorique de production de bio-méthane à partir des folioles Algérien en comparaison avec celle tunisienne.	131
IV.3 Etude de la digestion anaérobie des folioles dans des digesteurs de type batch	132
IV.3.1 La digestion anaérobie des folioles sans prétraitement chimique	132
IV.3.2 La digestion anaérobie des folioles avec un prétraitement chimique.....	139
IV.4 Etude de la digestion anaérobie des folioles dans des digesteurs de type continu.....	153
IV.4.1 Préparation de l'inoculum (boues liquides)	153
IV.4.2 Etude de l'effet du prétraitement chimique en utilisant la technique du Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR).....	166
IV.4.3 La digestion anaérobie en continu des folioles avec un prétraitement chimique	179
IV.5 Evaluation des capacités énergétiques du bio-méthane produit par les folioles sèches	189
IV.5.1 La quantité du bio-méthane produite annuellement.....	189
IV.5.2 Les capacités énergétiques du bio-méthane produite annuellement	189
IV.6 Conclusion	190
CONCLUSION GENERALE	193
PERSPECTIVE.....	195
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	196
PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS	235

REMERCIEMENTS

Ce travail, dirigé par le Monsieur le Professeur Kalloum Slimane est le fruit d'une collaboration entre le Laboratoire de Valorisation des Matériaux de Département de Génie des Procédés de l'Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem, et le Centre de Développement des Energies Renouvelables représenté par son Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien, URERMS, d'Adrar, et le Laboratoire d'Energie, Environnement et Système d'Information, de l'Université d'Adrar.

Je voudrais adresser mes sincères remerciements et ma gratitude la plus profonde à tous ceux qui ont aidé à l'accomplissement de cette thèse. Parmi eux, Je veux tout d'abord remercier particulièrement Monsieur le Professeur Kalloum Slimane mon directeur de thèse de la confiance que vous m'avez témoigné en me proposant ce sujet de recherche, de m'avoir dirigé patiemment et de votre soutien scientifique, humain et moral tout au long de ce travail ; merci d'avoir cru en moi, et en mon travail.

J'exprime ma reconnaissance aux membres de la commission d'examen, Monsieur Merouani Djilali Reda (Professeur à l'université de Mostaganem) Président de jury, Monsieur Aziz Abdallah (Professeur à l'université de Mostaganem), Monsieur Iddou Abdelkader (Professeur à l'université d'Adrar), Monsieur DJAFER Abderrahmane (Maître de conférence A à l'université de Chlef).

Mes vifs remerciements s'adressent aux Professeur Gopalakrishnan Kumar et aux Professeur Sachin Maruti Chavan Associates Professors, University of Stavanger (UiS), Stavanger, Norway pour avoir effectués les analyses élémentaires ainsi que les analyses FT-IR.

Mes vifs remerciements s'adressent aux Professeur Hamid Kaddami et Mme Dr. Karima Ben Hamou de l'université de Kadi Iyad de Marrakech Maroc pour avoir effectué l'analyse des composants lignocellulosiques.

Mes vifs remerciements s'adressent aussi aux membres de l'équipe de bioconversion de l'URERMS d'Adrar, qui ont contribué par leur soutien et amitié, chacun à sa façon, à la progression de mon travail dans une ambiance toujours amicale et stimulante. Merci Messieurs Mostefa Khelafi, Kamel Kaidi, Tahri Ahmed, Djelloul Meslem, Ahmed Elamine Soulimani, Hamza Boufennaya, Laaroussi Abdelaaziz, Hadri Kamel, et mesdames Fethya Salem, Bahiani Malika, Soumia Balla, d'être toujours disponible pour me donner un coup de main pendant les moments difficiles avec toute l'attention et l'amitié.

Mes vifs remerciements s'adressent aussi à mes collègues chercheurs de l'URERMS d'Adrar, qui ont contribué par leurs orientations corrections aide soutien et amitié, chacun à sa façon, à la progression de mon travail. Merci Nessaibia Ammar, Khelifi Cherif, Mounzar Houcine, Chibani Abdelmaek, Mediani Ahmed, loumani Akil, Larbi Amine, Baba Hadj Abdeldjabar, Bllaoui Mebrouk, Taybi Azzeddine, Boutadara Abdelkader, Saadi Ezzine, Sahli Youcef, Bouraiou Ahmed, Lachtar Salah, Hamouda Messaoud, Sadok Mohammed, Didaoui Abdelkader, Senoussi mostapha et tous les travailleurs de l'URERMS d'Adrar.

J'exprime ma profonde gratitude à mon frères M'hamed et mes amis intimes Djaafri, Ahmed Djaafri essadik, Mebarek Djaafri, Abdelkader Djaafri (Bakader), Harma boufeldja, Seddiki Mohammed, Djaafri Abdellah (Tabib), Hamousalah Mohamed (Tabib), Mediani H Mohamed, Pr Boursali, Pr Hamouda, Pr Benatillah, Pr Ahmed Bassafi, Pr Adjarfour Noureddine, Dr Boussaid Mohammed, Amraoui Abdelhalim, Messaoudi Abdelhamid (Mebarek) qu'ils me soient permis de les remercier vivement pour l'aide moral qu'il fut très important pendant des périodes difficiles.

Je ne pourrais jamais assez remercier mes très chers parents, ma très chère Mère et mon très cher Père Raby yrahmou, ma sœur, et mon frère et mon oncle Ahmed et Mohammed qui m'ont apporté leur soutien moral et leur

encouragement pour mener à bien ce travail.

Un merci du fond du cœur à Ma Femme Fatiha qui est toujours à mes côtés, qui m'a encouragé et m'a soutenu pendant les moments difficiles.

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Différentes génération du biocarburant et biomasse correspondante ;	8
Figure 2: Disposition spatiale de cellulose, hémicellulose et de la lignine dans les parois cellulaires de la biomasse lignocellulosique	13
Figure 3 : Représentation schématique d'une fibre lignocellulosique de bois.	13
Figure 4: structure de la cellulose	14
Figure 5: sucres présents dans les hémicelluloses	15
Figure 6: Motif phénolique présent dans la lignine	15
Figure 7: Schéma descriptif d'un palmier-dattier,	17
Figure 8 : Schéma du palme de palmier dattier.	18
Figure 9: Répartition géographique du palmier dattier dans le monde,	19
Figure 10: Carte de l'Algérie indiquant les différentes zones de palmiers dattiers ; ceux en rouge sont infestés de bayoud, ceux en vert ne sont pas infestés,	21
Figure 11 : la grande surface des grains de date après transformation en charbon actif.	26
Figure 12 : Panneaux de particules fabriqués avec des rachis de différentes espèces de palmiers	27
Figure 13: Les trois voies principales de conversion de la biomasse en bioénergie ;	28
Figure 14 : Valorisation la biomasse en bio-méthane par digestion anaérobie ;	33
Figure 15 : les étapes du processus de digestion anaérobie	36
Figure 16: Étapes de production de biogaz et micro-organismes impliqués.	48
Figure 17: Vision schématique attendue de l'effet du prétraitement sur la biomasse lignocellulosique	63
Figure 18: Technologies de purification du biogaz.	81
Figure 19 : Les différentes techniques de valorisation du biogaz,	82
Figure 20: Le réacteur de type batch utilisé pour les expériences de laboratoire	96
Figure 21 : Préparation de la solution mère et ses dilutions	107
Figure 22: Système de liquide déplacé pour mesurer le volume du biogaz	112
Figure 23: Etapes de détermination des teneurs en lignine, cellulose et hémicellulose.	117
Figure 24 : Pourcentage du poids de chaque type de déchet de palmier dattier de variété <i>H'mira</i>	126
Figure 25 : Pourcentage du nombre de chaque type de déchet par palmier dattier	127
Figure 26 : Pourcentage du poids moyen des déchets des palmiers dattiers	129
Figure 27: a), production quotidienne de biogaz; b) teneur en méthane dans le biogaz (%); C), production accumulative de biogaz durant la DA des folioles sans prétraitement	134
Figure 28: Évolution de la demande chimique en oxygène (DCO) en fonction du temps durant la DA des folioles en utilisant un prétraitement physique.	135
Figure 29: (a), variation AGV/TAC au cours du temps ; (b), corrélation du pH et AGV ; (c), variation de TAC pendant le temps durant la DA des folioles en utilisant un prétraitement physique	137
Figure 30: Valeurs de DCO au début et à la fin de prétraitement alcalin des folioles sèches.	140
Figure 31 : Valeurs du pH au début et à la fin de prétraitement alcalin des folioles sèches	141
Figure 32: Le taux de diminution du pH à la fin du prétraitement et le taux d'augmentation de DCO par rapport au témoin au début et à la fin du prétraitement alcalin des folioles sèches	142
Figure 33: La DCO au début et à la fin de DA avec le taux d'élimination de la DCO durant la DA de folioles de la variété <i>H'mira</i>	143
Figure 34: La MO au début et à la fin de DA avec le taux d'élimination de la MO durant la DA de folioles de la variété <i>H'mira</i>	144
Figure 35: Rapport AGV/TAC au début et à la fin de DA (batch) des folioles de la variété <i>H'mira</i> prétraité chimiquement (alcalin)	145
Figure 36: Le temps de digestion technique (T80) durant la DA (batch) des folioles de la variété	

<i>H'mira</i> prétraité chimiquement (alcalin)	146
Figure 37: Rendements quotidiens en CH ₄ à partir de la digestion anaérobie des folioles non traitées et prétraitées par le NaOH à des différentes concentrations (6%, 12% et 18%) dans un digesteur de type batch	148
Figure 38: Le rendement accumulé en CH ₄ à partir des folioles non traitées et prétraité par le NaOH à des différentes concentrations (6%, 12% et 18%)	150
Figure 39: valeurs du BMP et augmentation du BMP des réacteurs prétraités Vs témoin	151
Figure 40: Demande Chimique en Oxygène (DCO) en fonction du temps des boues liquides de la station de lagunage de la ville d'Adrar utilisé comme inoculum.....	156
Figure 41: variation du pH en fonction du temps durant la DA des boues liquides (inoculum).....	157
Figure 42: variation des AGV en fonction du temps durant la DA de (l'inoculum).....	158
Figure 43: variation des TAC en fonction du temps durant la DA des boues liquides (inoculum).....	159
Figure 44: rapport AGV/TAC en fonction du temps durant la DA des boues liquides (inoculum)....	160
Figure 45: variation du rendement quotidien en méthane en fonction du temps des boues liquides de la station de lagunage de la ville d'Adrar utilisé comme inoculum.....	161
Figure 46: Rendement accumulé du volume de bio-méthane en fonction du temps durant la DA des boues liquides (inoculum).....	162
Figure 47: La charge microbienne des boues liquides (inoculum) au début de la DA.....	164
Figure 48 : La charge microbienne des boues liquides (inoculum) à la fin de la DA	165
Figure 49: Spectres FT-IR complet des fibres de foliole de la variété <i>H'mira</i> non traitées et traitées avec (6%, 12% et 18% NaOH).....	167
Figure 50 : Spectres FT-IR en dehors de la région de l'empreinte digitale des fibres de foliole de la variété <i>H'mira</i> non traitées et traitées avec (6%, 12% et 18% NaOH).....	170
Figure 51 : Spectres FT-IR au sein de la région de l'empreinte digitale des fibres de foliole de la variété <i>H'mira</i> non traitées et traitées avec (6%, 12% et 18% NaOH).....	173
Figure 52: Variation du pH en fonction du temps durant de la DA des folioles de <i>H'mira</i> non traité et prétraité par le NaOH dans un digesteur de type continu.....	181
Figure 53: variation du DCO en fonction du temps durant de la DA des folioles de la variété de <i>H'mira</i> non traité et prétraité par le NaOH dans des digesteurs de type continu	183
Figure 54: Variation quotidien de volume en méthane en fonction du temps durant de la DA des folioles de la variété de <i>H'mira</i> non traité et prétraité par le NaOH dans des digesteurs de type continu	187

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 classement des pays producteurs de dattes à travers le monde en 2013	19
Tableau 2: Nombre de palmiers dattier en Algérie par wilaya en 2014	21
Tableau 3: Utilisation traditionnelle et artisanale des déchets de palmier dattier	24
Tableau 4 : Effet des prétraitements physiques sur le rendement en méthane	64
Tableau 5: Effet des prétraitements chimiques sur le rendement en méthane.....	68
Tableau 6: Effet des prétraitements biologiques sur le rendement en méthane	70
Tableau 7 : Composition typique du biogaz.....	76
Tableau 8: Poids moyen de chaque type de déchet de palmier dattier.	125
Tableau 9 : Nombre de chaque déchet par palmier dattier après l'opération de taille annuelle	126
Tableau 10 : Poids de déchets de chaque palmier dattier	128
Tableau 11 : Poids moyen des déchets des palmiers dattiers	128
Tableau 12 : tableau comparatif des caractéristiques des folioles séchées de palmier dattier Algérien (<i>Phoenix dactylifera</i> L.) de variété <i>H'mira</i> avec d'autres variétés marocaines.	130
Tableau 13: Le rendement théorique en méthane et les compositions élémentaires des folioles du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera</i> L.) de deux variétés Algériennes et une variété Tunisienne et une variété Saoudien.	131
Tableau 14: Résultats expérimentaux comparatifs avec d'autres substrats lignocellulosiques prétraités par du NaOH	152
Tableau 15 : caractérisation des boues de la station de lagunage de la ville d'Adrar utilisée comme source d'inoculum au début de la digestion anaérobie.....	154
Tableau 16 : Les affectations des bandes d'absorbance FT-IR en dehors de la région de l'empreinte digitale et les différents groupes fonctionnels correspondants pour les fibres lignocellulosiques des folioles de <i>H'mira</i>	169
Tableau 17 : Les affectations des bandes d'absorbance FT-IR de la région de l'empreinte digitale et les différents groupes fonctionnels correspondants pour les fibres lignocellulosiques des folioles de <i>H'mira</i>	175
Tableau 18 : Influence du prétraitement alcalin des folioles de variété de <i>H'mira</i> sur le décalage des banes des spectres FT-IR.....	177
Tableau 19: L'énergie produite annuellement par le méthane d'origine des folioles des palmiers dattier de la variété <i>H'mira</i> de la région d'Adrar sud-ouest de l'Algérie.....	190

LISTE DES PHOTOS

Photo 1 : L'opération de taillage des palmiers dattiers et les déchets produits	22
Photo 2: Utilisation des folioles et fibrillum pour la fabrication de la vannerie et chapeau et cordes ..	24
Photo 3 : utilisation des troncs, pétioles et palme pour la construction et immobilier	25
Photo 4: Les digesteurs de type continu.....	97
Photo 5 : l'opération d'entretien des palmiers dattiers.....	98
Photo 6: les cinq déchets lignocellulosiques des palmiers dattiers	99
Photo 7 : collecte des palmes sèches	99
Photo 8 : premier lavage et séchage du substrat.....	100
Photo 9 : premier séchage du substrat	100
Photo 10 : deuxième lavage du substrat avec de l'eau distillée au niveau du laboratoire de l'URERMS d'Adrar.....	101
Photo 11 : deuxième séchage du substrat dans un lit de séchage au niveau du laboratoire de l'URERMS d'Adrar	101
Photo 12 : les folioles sèches coupées et broyées à des tailles inférieures à 2 mm	102
Photo 13 : Le micro-broyeur (IKA Culatti MFC Micro-Precision Beater Mill)	102
Photo 14 : Prétraitement alcalin pour les digesteurs batchs	103
Photo 15 : pots de prélèvement en plastique contenant les substrats prétraités et non traités pour alimentation des digesteurs en continus.....	104
Photo 16 : La boue de la station de lagunage de la ville d'Adrar	105
Photo 17: Réacteurs incubés dans un bain marie thermostaté à $(37,0 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$	109

LISTE DES ABREVIATIONS

AGV:	Acides Gras Volatils
AGV-LC	Acides Gras Volatils à longue chaîne
AGM	Algues génétiquement modifiées
BQG	Biocarburants de quatrième génération
BD:	Bio-Dégradabilité
BMP	Bio-Méthane Potentiel
CDER :	Centre de développement des Energies Renouvelables
ChO	Charge Organique
COV	Composés Organiques Volatils
CSV	Composés Soufrés Volatils
DA	Digestion Anaérobie
DCO:	Demande Chimique en Oxygène
DCT:	Détecteur de Conductivité Thermique
DIF:	Détecteur d'ionisation de Flamme
DSA :	Direction des Services Agricoles
EMP :	Emden-Meyerhof-Parnas
ET :	Ecart Type
GES	Gaz à Effet de Serre
GM	Génétiquement modifiées
HRGP	Hydroxyproline Rich Glyco Proteins
HS ⁻	Ions Sulfures
HSM	Ions de Sulfures Métalliques
IW	Indice de Wobbe
MO:	Matières Organique
MS:	Matière Sèche
Norg	l'Azote organique du sol
PAB:	Production Accumulative de Biogaz
PCI	Pouvoir Calorifique Inférieur
PQB:	Production Quotidienne de Biogaz
QD	Quantité de Déchet
RB:	Rendement en Biogaz
REM:	Rendement Expérimental en Méthane
RM:	Rendement en Méthane
RTM:	Rendement Théorique en Méthane
SM	Solution Mère
T ₈₀	Il représente le temps nécessaire pour atteindre 80% de la production totale en biogaz
TAC:	Titre Alcalimétrique Complet
TMB:	Teneur en Méthane dans le Biogaz
TPS:	Température et Pression Standard
TR	Temps de Rétention
TRH	Temps de Rétention Hydraulique
TRS	Temps de Rétention des Solides



LISTE DES ABREVIATIONS

URERMS	Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien
--------	---

RESUME

Résumé

Cette thèse traite le sujet de l'amélioration de la digestion anaérobie des déchets organiques dans des digesteurs en continu et de type batch. Les déchets organiques traités sont représentés par les folioles provenant des palmiers dattiers Algériens (*Phoenix dactylifera* L.) de la variété *H'mira* de la région d'Adrar.

Les principaux résultats de cette thèse démontrent que la variété *H'mira* représentant 42,81% du total des palmiers de la région d'Adrar, génère une quantité de déchet annuelle estimée de 22.916,68 tonne dont les palmes sèches représentent 52,64 % soit 12.063,20 tonne. Les folioles qui sont le principal constituant des palmes sèches contiennent un taux de 81,7% de matières organiques (MO) et 90% de composé lignocellulosique. La capacité théorique de rendement en méthane des folioles est estimée de 492 ml de CH₄/g de MO.

La digestion anaérobie du broyat des folioles au niveau des digesteurs de type batch sans prétraitement chimique donne un rendement en méthane de 130 ml de CH₄/g de MO avec un temps de digestion technique (T₈₀) de 55 jours. Ce même substrat a été prétraité chimiquement avec une solution de soude caustique (NaOH) à des différentes concentrations (6%, 12% et 18%). Les résultats ont montré que la concentration optimale qui donne le meilleur rendement en méthane estimé de 135 ml/g de MO avec un T₈₀ de 21 jours, est de 12%. Les mêmes expériences ont été appliquées dans des digesteurs de type continu. Les résultats ont été confirmés par rapport au dispositif en batch, avec un rendement en méthane de 107 ml de CH₄ /g de MO/jour. Ces résultats sont en forte concordance avec les résultats de la spectroscopie FT-IR.

Les résultats expérimentaux de cette thèse ne représentent qu'une modeste contribution à la stratégie nationale de développement des énergies renouvelables dans sa partie recherche et développement. En effet, la quantification d'énergie produite par le bio-méthane issu de la digestion anaérobie des folioles de la variété *H'mira* de la région d'Adrar a été estimée entre 10000 et 13000 MW/an qui couvre la consommation annuelle des ménages de la commune de Tamest wilaya d'Adrar comptant de 10000 habitants.

Mots clés : digestion anaérobie, déchets des palmiers dattier Algérien, variété *H'mira*, traitement alcalin, réacteurs continus, énergie.

ملخص

تناولت هذه الأطروحة موضوع تحسين عملية الهضم اللاهوائي للنفايات العضوية على مستوى هاضم مستمر وغير مستمر (دفعة واحدة). تمثلت النفايات العضوية المعالجة في سعف النخيل الجزائري من صنف حميرة من منطقة أدرار.

أظهرت النتائج الرئيسية لهذه الأطروحة أن صنف حميرة الذي يمثل 42.81% من إجمالي أعداد النخيل المتواجد بمنطقة أدرار، يولد نفايات سنوية تقدر بـ 22916.68 طن، يمثل الجريد منها نسبة 52.64%. أو 12063.20 طن. تصل نسبة المواد العضوية في سعفها الذي يعد أكبر مكون للجريد إلى 81.7%، كما أن نسبة المواد السيلولوزية فيه تفوق 90%. تقدر سعة إنتاج الميثان النظرية لهذا السعف بـ 492 مللتر لكل واحد غرام من المواد العضوية.

الهضم اللاهوائي للسعف المطحون في هاضم غير مستمر من نوع الدفعة الواحدة بدون معالجة كيميائية يعطي عائد ميثان 130 مللتر لكل واحد غرام من المواد العضوية في مدة زمن هضم تقني تقدر بـ 55 يوماً. تم معالجة هذا السعف المطحون كيميائياً بمحلول من الصودا الكاوية بتركيزات مختلفة (6% و 12% و 18%). أوضحت النتائج أن التركيز الأمثل الذي يعطي أفضل محصول ميثان يقدر بـ 135 مللتر لكل واحد غرام من المواد العضوية مع زمن هضم تقني قدر بـ 21 يوماً هو تركيز 12% من الصودا الكاوية. تم تطبيق نفس التجارب في هاضم من النوع المستمر. تم تأكيد النتائج التي حصلنا عليها بجهاز الدفعة الواحدة، مع إنتاجية الميثان 107 مللتر لكل واحد غرام في اليوم. هذه النتائج تتوافق بشدة مع نتائج التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء.

وفي الأخير هذه النتائج التجريبية التي تناولتها الأطروحة لا تمثل سوى مساهمة متواضعة في الاستراتيجية الوطنية لتطوير الطاقات المتجددة في قسم البحث والتطوير. في الواقع، تم تقدير كمية الطاقة التي ينتجها الميثان الحيوي من الهضم اللاهوائي لسعف النخيل من نوع حميرة من منطقة أدرار بين 10000 و 13000 ميجاوات / سنة والتي تغطي الاستهلاك السنوي لسكان بلدية تامست ولاية أدرار التي تحتوي على 10000 نسمة.

الكلمات المفتاحية: الهضم اللاهوائي، نفايات النخيل الجزائرية، نوع حميرة، معالجة قلوية، مفاعلات مستمرة، طاقة

Abstract

This thesis discusses the improvement of organic waste anaerobic digestion in continuous and batch digesters. The organic waste treated is represented by the leaflets from Algerian date palms (*Phoenix dactylifera* L.) of the *H'mira* cultivars from Adrar region.

The main results of this thesis demonstrate that the *H'mira* cultivar representing 42.81% of the total palm trees in Adrar region generates an estimated annual waste of 22,916.68 tons, of which the dry palms represent 52.64%. Or 12,063,20 tons. The leaflets which are the main constituent of dry palms contain a rate of 81.7% of Volatile Solid (VS) and 90% of lignocellulosic compound. The theoretical methane yield capacity of the leaflets is estimated at 492 ml / g of VS

The anaerobic digestion of the grinded leaflets in batch digesters without chemical pretreatment gives a methane yield of 130 ml of CH₄ / g of VS during a technical digestion time (T₈₀) of 55 days. This same substrate was pretreated chemically with a solution of caustic soda (NaOH) at different concentrations (6%, 12% and 18%). The results showed that the optimal concentration which gives the best estimated methane yield of 135 ml of CH₄ / g of VS with a T₈₀ of 21 days, is 12%. The same experiments were applied in continuous digesters. The results were confirmed with respect to the batch device, with a methane yield of 107 ml of CH₄ / g of VS / day. These results are in strong agreement with the results of FT-IR spectroscopy.

The experimental results of this thesis represent only a modest contribution to the national strategy for the development of renewable energies in its research and development part. Indeed, the quantification of energy produced by bio-methane from the anaerobic digestion of leaflets of the *H'mira* cultivar from the Adrar region has been estimated between 10.000 and 13.000 MW / year which covers the annual consumption of the commune of Tamest wilaya of Adrar containing 10.000 inhabitants.

Keywords: anaerobic digestion, Algerian date palm waste, *H'mira* cultivars, alkaline treatment, continuous reactors, energy.

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

La nouvelle politique énergétique de l'Algérie a proposé un nouveau programme visant à exploiter les énergies renouvelables et à produire environ 22000 MW d'électricité à partir de ressources énergétiques renouvelables d'ici 2030 (Bouraiou et al., 2020). La bioconversion qui est la technologie utilisée pour convertir la biomasse en bioénergie est l'une des solutions qui peut contribuer en partie non seulement de l'exploitation des énergies renouvelables mais aussi de préserver l'environnement contre la pollution et participer au développement durable de l'Algérie. Cette technologie est simple, propre et elle est basée sur une large gamme de ressources naturelles (les boues des stations d'épuration, les déchets organiques municipaux des décharges publiques, les résidus agricoles, les déchets organiques animaux, végétaux et industriels etc.) (Chen et al., 2014). Cette technique est mûre, respectueuse de l'environnement moins coûteuse, contribuant à diminuer l'impact environnemental lié à l'augmentation des déchets, et permet aussi de produire une énergie renouvelable et réduisant la dépendance aux énergies fossiles (Kamdem et al., 2018). Diverses techniques développées sont utilisées pour convertir la biomasse en biocarburants (solides, liquides et gazeux) pour produire de l'électricité et de la chaleur. La digestion anaérobie (DA) en fait partie. Cette dernière, en plus de la production de l'énergie, elle pourrait contribuer à diminuer les émissions de gaz à effet de serre, détruire les agents pathogènes et produire un fertilisant stable à des fins agricoles ce qui a contribué efficacement au développement durable du pays (Azbar, 2017).

Comme évoquée ci-dessus, différents types de biomasses abondantes et largement disponibles en tant que ressources renouvelables peuvent être utilisées comme matière première pour la DA afin de produire le biogaz. La biomasse lignocellulosique à savoir les déchets des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) est l'une des cultures fruitières les plus importantes dans les régions arides et semi-arides, y compris l'Afrique du Nord, Péninsule arabique et le Moyen-Orient (Abid et al., 2016). Le nombre des palmiers dattiers dans le monde atteint 120 millions de palmiers produisant plusieurs millions de tonnes de dattes annuellement (Munir et al., 2020). Il est considéré comme le pilier de l'écosystème saharien et joue un rôle essentiel contre la désertification en créant un microclimat local favorisant l'agriculture saharienne. En plus de son rôle écologique le palmier dattier présente une source économique importante pour les populations locales avec un rendement annuel moyen qui varie entre 18 et 50 kg de dattes par palmier (Bendahou et al., 2007).

Chaque année après la récolte des fruits, l'entretien des palmiers dattiers se traduit par

la production d'énormes quantités de déchets. Un palmier mature possède environ 30-140 palmes, dont 10-30 palmes sont renouvelées chaque année (Mallaki et Fatehi, 2014). Les mêmes palmes renouvelées deviennent sèches, ils sont coupés et jetés. Sachant que le poids moyen d'une palme sèche varie entre 2 à 3 kg et le nombre de palmiers dattiers en Algérie atteint les 18 millions (Bouguedoura et al., 2015) ; la région d'Adrar en compte 3.798.759 (DSA, 2019). Dans cette région il y a plus de 190 variétés (Bouguedoura et al., 2015) parmi les 940 variétés de dattes inventoriées en Algérie (Bedjaoui et Benbouza, 2020). La variété « *H'mira* », qui fait l'objet de cette thèse, est la plus dominante dans cette région avec un taux de 42,81% (DSA, 2019). La quantité moyenne annuelle de palmes sèches est estimée de 900.000 tonnes selon les données déclarées en-dessus. Cette quantité énorme de biomasse lignocellulosique peut être utilisée comme une matière première pour la production de la bioénergie par la digestion anaérobie. Les caractéristiques lignocellulosiques des palmes varient d'une variété à une autre d'une manière très significative, ce qui influe sur la capacité de production de biogaz (Bousdira et al., 2014). La digestion anaérobie de ce type de substrat nécessite de tester chaque variété à part, afin d'avoir une idée précise sur sa capacité à produire le biogaz

La transformation de la biomasse lignocellulosique au cours de la digestion anaérobie, a présenté des difficultés intrinsèques, comme le réseau hydrophobe de lignine, la cristallinité des fibres de cellulose et la polymérisation de l'hémicellulose qui rendent la surface accessibles aux enzymes et aux attaques microbiennes très réduite (Chufo et al., 2015). Par conséquent, la dégradation de la chaîne structurale de la lignine, la dé cristallisation et dépolymérisation de l'holocellulose (cellulose et hémicellulose), et l'amélioration de son accessibilité aux enzymes et aux attaques microbiennes, nécessitent l'utilisation d'un prétraitement adéquat (Kamdem et al., 2018). Parmi les différents types de prétraitement, celui le plus appliqué est le prétraitement alcalin. Ce traitement améliore la production du méthane à partir d'une gamme variée de substrats lignocellulosiques (telles que les pailles des plantes, les tiges et les feuilles d'arbres etc.) (Abraham et al., 2020a). Par rapport à d'autres types, ce prétraitement présente plusieurs avantages, à savoir des dispositifs simples, faciles à utiliser et donne un rendement élevé. Aussi, les substrats prétraités par les solutions alcalines peuvent contenir de faibles quantités résiduelles de ces dernières contribuant ultérieurement à la correction du pH durant l'acidogénèse. La plupart des études ont montré une augmentation de la production de méthane et une diminution de la matière organique (MO) lors du traitement alcalin (Li et al., 2012).

L'hydroxyde de sodium (NaOH), appelée communément la soude caustique, est la

substance alcaline le plus privilégiée. Sa solubilité est plus importante que celle de l'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) (López Torres et Espinosa Llorens, 2008). La littérature indique que ce prétraitement a permis d'éliminer les taux de 37% à 70% d'hémicelluloses et 26% à 70% de lignine ce qui permet d'augmenter la cinétique de digestion anaérobie (Sambusiti et al., 2012). Ainsi, des travaux antérieurs démontrent une teneur relativement élevée en méthane produit par la paille de riz traités à l'hydroxyde de sodium par rapport aux autres traitements (Dai et al., 2018). L'utilisation de la spectroscopie infrarouge, la microscopie électronique à balayage et la diffraction des rayons X, peut renseigner sur l'efficacité de ces traitements. En effet, des travaux rapportent également que ce type de prétraitement engendre une grande amélioration par des modifications remarquables de la structure et de la composition des résidus de vinaigre (Shen et al., 2017). Alors que, d'autres travaux rapportent que les fortes concentrations alcalines donnent accès à la cellulose par dégradation de la lignine (Wang et al., 2015).

L'objectif de cette thèse est d'évaluer la capacité de production de biogaz à partir des folioles sèches du palmier dattier Algérien (*Phoenix dactylifera* L.) de la variété *H'mira*, ainsi que sa biodégradabilité afin d'améliorer ses capacités de production en bio-méthane en appliquant un prétraitement alcalin à base d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans des digesteurs de type batch et continu. Le choix des folioles sèches en particulier sans aucun autre constituant des déchets des palmiers dattiers (Pétiole, Fibrillum, Régime, la spathe, et Partie épineuse de la palme), reposait sur le fait qu'elles figurent parmi les résidus agricoles les plus dominants du palmier dattier (Bousdira et al., 2018).

Ce travail compte parmi les premiers travaux abordant le sujet des déchets organiques provient des palmiers dattier Algérien (*Phoenix dactylifera* L.) de la variété *H'mira*, ce qui peut ouvrir de nouvelles perspectives de valorisation bioénergétiques en utilisant de nouvelles matières premières renouvelables issues du palmier dattier.

Cette thèse qui commence par la présente introduction générale s'articule autour de deux parties essentielle, théorique et expérimentale et terminée par une conclusion générale.

La partie théorique englobe deux chapitres, dont le premier concerne une synthèse bibliographique sur la biomasse, ses définitions, ses origines, ses générations, les substrats ligno-cellulosique, les déchets des palmiers dattiers et les différents types de valorisation de ces déchets. Le deuxième chapitre est consacré au processus de la digestion anaérobie, sa définition, ses étapes, sa microbiologie, les facteurs influençant la digestion anaérobie, les différentes techniques d'amélioration de la digestion anaérobie comme la co-digestion et les différents types de prétraitement et se termine par les produits de la digestion anaérobie comme le biogaz

et le digestat.

La partie expérimentale contient deux chapitres. Elle débute par le chapitre N° III qui englobe les dispositifs expérimentaux et les techniques d'analyses appliquées. Le deuxième chapitre de la partie expérimentale est consacré à la discussion des résultats des investigations sur terrains et au niveau du laboratoire, l'interprétation et la discussion des résultats des expériences au niveau des réacteurs discontinus (batch), ainsi qu'au niveau des réacteurs continus pour confirmer les résultats des digesteurs de type batch et se termine par une évaluation énergétique du biogaz produit par ce type de déchet.

Finalement, cette thèse est clôturée par une conclusion générale, et des perspectives.

PARTIE THEORIQUE
SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

**CHAPITRE I : SYNTHÈSE
BIBLIOGRAPHIQUE SUR LA
BIOMASSE**

I.1 Introduction

La biomasse est généralement toute matière organique d'origine végétale ou animale peuvent être utilisé comme une source d'énergie. L'être humain à utiliser la biomasse depuis longtemps par la combustion directe pour la cuisson et le chauffage. Actuellement et avec le développement scientifique, la biomasse est utilisée par la technologie de bioconversion. Ce chapitre discute la biomasse en général, ses définitions, ses différentes sources et générations. Il se concentre sur la biomasse lignocellulosique et surtout celui du palmier dattier qui constitue le substrat de la présente thèse. Il discute en détail les palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) sa définition, sa description morphologique, sa distribution dans le monde en Algérie et dans la région d'Adrar. Ce chapitre se termine par les différents types de valorisation des déchets de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

I.2 Définition de la biomasse

Il y a eu beaucoup de débats sur une définition légale de la biomasse. Selon (Khalid Rehman Hakeem et al., 2015), le terme biomasse désigne toutes les matières dérivées de plantes et d'animaux. (Brar et al., 2014) considère que la biomasse signifie que tout matériau ayant une origine biologique récente et renouvelable, tel que le matériel végétal, les cultures énergétiques herbacées et ligneuses, les cultures agricoles destinées à l'alimentation humaine et animale, les déchets et résidus de cultures agricoles, les déchets et résidus de bois, les plantes aquatiques et autres déchets, y compris certains déchets municipaux et même le fumier animal. Ajoutant aussi que la biomasse a une composition hétérogène et chimiquement complexe composée de C, H, O et N, similaire aux matières premières fossiles contenant C et H. Cependant (Ashter, 2018) identifie la biomasse par la matière organique générée sous forme de déchets tels que des déchets solides municipaux ou de plantes vivantes telles que des arbres, des herbes, des cultures et des résidus agricoles. Dans le même cadre, (Basu, 2013), ajoute une précision que la biomasse fait référence à toute matière organique dérivée de plantes ou d'animaux qui vivent ou vivaient dans le passé proche. C'est-à-dire, elle n'inclut pas les matières organiques transformées en combustibles fossiles tels que le charbon ou le pétrole par des processus géologiques au cours de millions d'années. Elle ne comprend donc que les espèces biologiques vivantes et récemment mortes qui peuvent être utilisées comme combustible ou comme matière première chimique.

Selon (Ashter, 2018), la biomasse est composé chimiquement de trois composants principaux ; qui sont l'eau (humidité), les composés organiques (les protéines, les lipides, les glucides) et des impuretés inorganiques qui sont les cendres. Les composés organiques

comprennent quatre éléments principaux : le Carbone (C), l'hydrogène (H), l'oxygène (O) et l'Azote (N). La biomasse peut également contenir de petites quantités de chlore (Cl) et de soufre (S). La composition peut être obtenue en effectuant l'analyse ultime d'une biomasse.

I.3 Sources de la biomasse

La biomasse peut être classée en fonction de sa nature ou de sa composition, mais également des rejets qui peuvent être pris en compte. Les sources de la biomasse se différencient selon le classement de cette dernière. Cinq sources de biomasse sont citées par (Jeguirim et al., 2019), à savoir les résidus d'agriculture, les cultures énergétiques, la biomasse aquatique, les déchets d'animaux et les déchets urbains:

- a) Les résidus d'agriculture qui comprennent du bois et des dérivés du bois, les sous-produits primaires tels que les tiges de maïs, la paille de céréales, les sous-produits secondaires issus du traitement de la biomasse tels que les enveloppes de café, les noyaux d'olive et la bagasse de canne à sucre ;
- b) - Les cultures énergétiques telles que les peupliers, les saules et eucalyptus, les plantes herbacées telles que la canne à sucre, le sorgho et les artichauts, ainsi que des plantes à huile végétale telles que le colza et le tournesol ;
- c) - La biomasse aquatique comme les algues qui est considérée comme une biomasse pour la production de biocarburant de troisième génération ;
- d) - Les déchets animaux comme les déjections animales (fumiers de bovins, de volailles, de porcs et de dindes, litière et plumes de poulets, lisier de porc, etc.) ;
- e) - Les déchets urbains comme les déchets ménagers et certains déchets et sous-produits industriels comme les boues d'épuration, les boues de papier, le carton, les résidus textiles etc.

La biomasse du point de vue énergétique, est divisée en deux catégories seulement selon (Breeze, 2014) à savoir les cultures énergétiques et les déchets de biomasse. Les déchets de biomasse sont les formes de biomasse les plus facilement disponibles, mais leurs quantités sont limitées. Alors que les cultures énergétiques, peuvent être produites en quantités beaucoup plus grandes si nécessaire mais coûtent plus cher que les déchets de biomasse.

Les déchets de biomasse peuvent être divisés en quatre catégories :

- a) Déchets urbains qui comportent les déchets de bois des chantiers de construction et certains déchets organiques, ainsi que du bois et d'autres matériaux provenant de jardins urbains ;
- b) Déchets agricoles qui comportent paille de blé, de riz et de maïs, la canne à sucre, les cosques de noix de coco, les déchets des palmiers à huile, de nombreuses autres cultures du monde entier

produisent des déchets de tiges pouvant être utilisés) ;

- c) Déchets d'élevage qui comportent déjections d'animaux, les exploitations laitières et les exploitations porcines, les déchets humains, des résidus d'élevage de volailles ;
- d) Déchets de bois qui comportent les matériaux qui peuvent être retirés des forêts naturelles, les résidus laissés dans une forêt après l'abattage des arbres et les déchets qui produits lors de la transformation du bois dans les scieries et le papier, l'élimination des arbres morts et du sous-bois des forêts naturels.

Les cultures énergétiques sont destinées à la production de la bioénergie à grande échelle est déjà pratiquée pour la production de biocarburants.

- a) La canne à sucre et le maïs pour la production du bioéthanol ;
- b) Les oléagineux et l'huile de palme fournissent de l'huile ;
- c) Le taillage des saules et des peupliers est toujours le moyen privilégié de récolter ces arbres en tant que combustible pour les centrales électriques ;
- d) D'autres espèces telles que la gomme, le peuplier, les graminées, les herbes, le sycomore et l'eucalyptus se sont également révélés prometteuses.

I.4 Les différentes générations de la biomasse

L'idée de rechercher à des sources alternatives pour remplacer les énergies fossiles est développée lors de l'augmentation des niveaux de CO₂, CH₄ et le NO₂ dans l'atmosphère (principalement responsables du problème de l'ozone) résultant de la combustion de combustibles fossiles et des activités agricoles. Parallèlement, les préoccupations relatives à la dépendance énergétique vis-à-vis des pays exportateurs, l'épuisement des réserves de combustibles fossiles, et la fluctuation des prix du pétrole augmentent la nécessité de chercher de nouvelles ressources propres est renouvelables. Ces ressources ayant un impact moindre sur l'environnement, avec une faible émission de gaz à effet de serre (GES), peuvent être utilisées pour la substitution ou le complément d'énergie. Parmi les différentes suggestions, la biomasse en tant que matière première pour la production de l'énergie renouvelable peut contribuer à la résolution de ce problème, non seulement par ses potentiels énergétiques, mais également par leur compétence de lutter contre le réchauffement planétaire et les changements climatiques (Miret et al., 2016).

Au cours de ces dernières décennies, les scientifiques pensent à développer de nouvelles générations de biocarburants en se basant sur les différentes générations de biomasse. Jusqu'à l'heure actuelle, quatre générations de biomasse ont été développé pour générer quatre générations de biocarburant.

Les biocarburants de première, deuxième, troisième et quatrième génération sont divisés sur la base de la matière première et de la technologie utilisée pour leur production (Figure 1). Ils sont produits sous forme de solides (charbon de bois comme exemple), de liquides (éthanol, biodiesel, huiles de pyrolyse et bio-huile) ou de gaz (biogaz (bio-méthane et bio-hydrogène) (Ghasemzadeh et al., 2017).

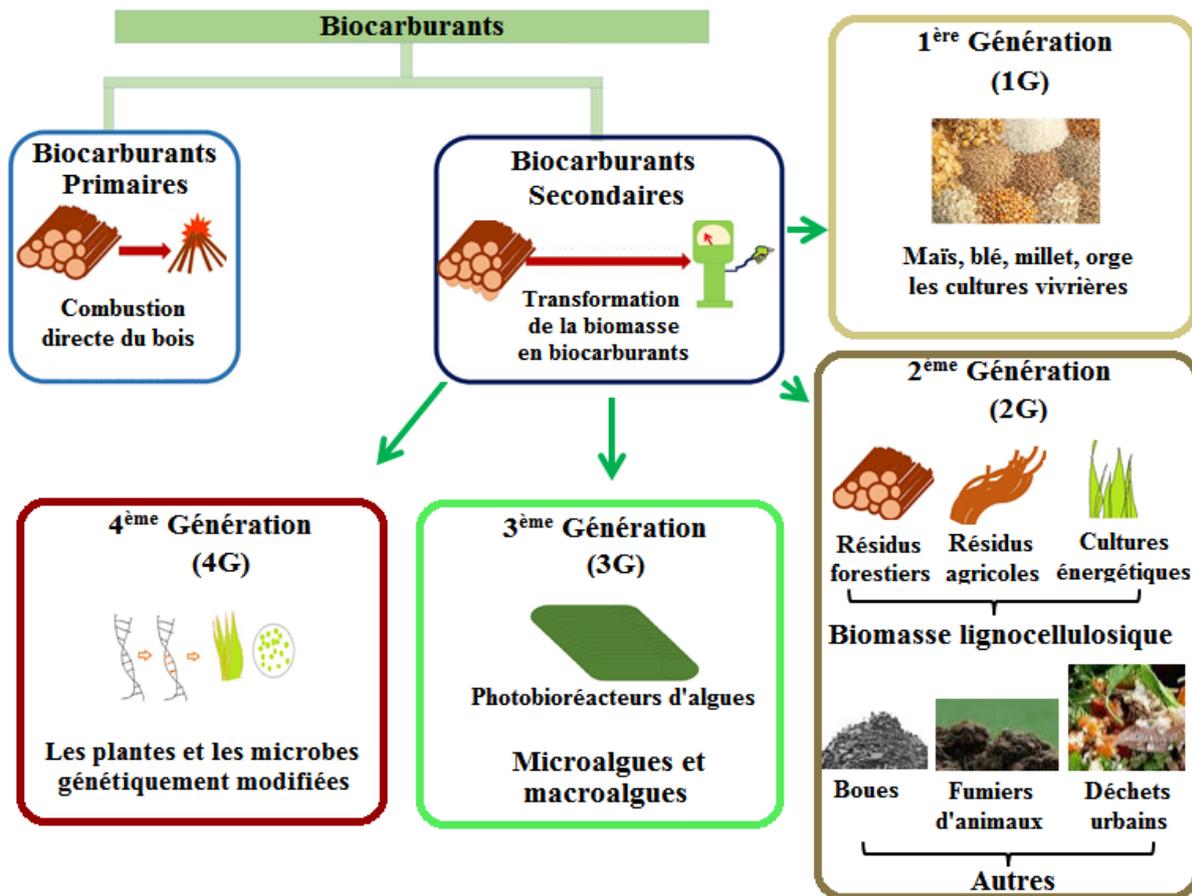


Figure 1 : Différentes génération du biocarburant et biomasse correspondante ; source (Kumar et al., 2020) modifier.

I.4.1 La biomasse de première génération

Sur la base de la matière première, la partie la plus abondante de la biomasse de première génération sont les sucres, à savoir des cultures sous forme de sucres simples (par exemple glucose, fructose et saccharose). Généralement la canne à sucre ou la betterave à sucre sont utilisées comme matières premières. Egalement le polymère de l'amidon, en utilisant de maïs, les céréales ou les graines comme le blé comme matières premières pour la production de bioalcool et biogaz (bio-méthane et bio-hydrogène) par des procédés de fermentation (Deneyer et al., 2018). Certaines autres matières premières de première génération comprenaient principalement du colza, du soja, des oléagineux, des palmiers et du tournesol pour la

fabrication de biodiesel par transestérification d'huiles extraites. Généralement ce type de biomasse provient de cultures alimentaires (Bechara et al., 2018).

Selon (Deneyer et al., 2018), l'utilisation facile en évitant toutes les méthodes de prétraitement étendues et l'efficacité des sols ainsi que la nécessité d'une pureté des sucres moins élevée que les sucres utilisés dans l'industrie alimentaire sont les principaux avantages de la biomasse de la première génération. (Dalena et al., 2017) ajoutant aussi que les sucres simples sont préférés comme substrat pour la production de la bioénergie, car ils peuvent être décomposés facilement et rapidement par les micro-organismes. Cependant, cette première génération n'aurait pas beaucoup de succès en raison des conflits et interférences avec le secteur alimentaire. L'augmentation du coût des cultures et des produits alimentaires, dus à la concurrence avec les denrées alimentaires affecte la sécurité alimentaire des marchés mondiaux. En plus de ce problème, sa consommation d'eau (en particulier pour la culture du maïs), ses besoins en terrains vaste, et sa culture que pendant une courte période de l'année (c'est-à-dire 13 semaines de septembre à novembre pour le maïs), où les coûts de transport et de stockage deviennent très importants, c'est à dire le manque de la durabilité économique (Miret et al., 2016). Ces limitations favorisent la recherche de biomasse non comestible pour la production de biocarburants.

I.4.2 La biomasse de deuxième génération

Cette biomasse est constituée généralement par des résidus non comestibles (non alimentaires) peuvent être classés en quatre groupes en fonction du type de ressource selon (Ghasemzadeh et al., 2017): le premier groupe englobe les résidus forestiers, le deuxième contient les déchets solides municipaux, alors que le troisième groupe renferme les vieux papiers, et le dernier groupe comprend les ressources en résidus de cultures. (Nair et al., 2016) ajoutent que les boues et les fumiers de bétail comme des résidus non comestibles peuvent être ajoutés à cette génération de biomasse. L'utilisation de ces types de biomasses pour la production de bioénergie (biogaz) constitue une option d'élimination attrayante. Ces types de déchets sont des sources de biomasse facilement accessibles et riches en Azote ce qui permet d'équilibrer le rapport C/N lorsqu'ils ont co-digérés avec les résidus agricoles riches en Carbone.

La biomasse de deuxième génération présente plus d'avantages par rapport à la première génération en raison de son rendement de production plus élevé, de ses besoins en terrains moins importants et de l'utilisation de matières premières non comestibles qui limitent la concurrence directe entre aliments et combustibles associées aux biocarburants de première

génération, aussi elle réduit la consommation d'eau (Ghasemzadeh et al., 2017).

Malheureusement, l'impact matériel sur l'utilisation des sols et sur les dépenses énergétiques élevées réduisent l'avantage économique de la première et la deuxième génération de la biomasse. Actuellement, les principales préoccupations des chercheurs intéressés par les biocarburants sont de trouver le cycle de production adéquat. Avec cet objectif, la recherche développe de biocarburants par l'utilisation d'une matière première de troisième génération en utilisant les microalgues. Les microalgues ont un taux de croissance élevé, duplique la population en 24 h et peuvent croître en eau salée ou en eaux usées (Dalena et al., 2017).

I.4.3 La biomasse de troisième génération

La troisième génération de biomasse est basée sur les algues comme matière première. Ces dernières peuvent être divisées en macro-algues et microalgues. Cette génération de biomasse est majoritairement comme celle de la deuxième génération non comestible. Elles se développent sur les eaux salées, les eaux usées municipales, les eaux de mer côtières et les terres non propices à l'agriculture et se caractérisent par une croissance rapide. Elles convertissent la biomasse via la photosynthèse, consommant le CO₂ pour leurs croissances et libèrent plus d'oxygène dans l'atmosphère (Dalena et al., 2017).

Toujours à la recherche de nouvelles possibilités pour de nouvelles espèces, il existe actuellement environ 150, 000 espèces de microalgues identifiées dans le monde selon algaebase.org (Yew et al., 2019). Les microalgues peuvent produire des lipides, des protéines et des glucides en grandes quantités sur de courtes périodes. Ces produits peuvent être transformés en biocarburants et en coproduits de valeurs (Ghasemzadeh et al., 2017). Il a été rapporté dans la littérature que certaines espèces de microalgues, telles que *Botryococcusbraunii* et *Chlorellavulgaris*, contiennent plus de 50% de lipides en poids sec de biomasse avec un potentiel élevé de production de biodiesel. En outre, de nombreux produits de grande valeur peuvent être extraits d'algues pour des applications pharmaceutiques, nutraceutiques et cosmétiques (Yew et al., 2019).

Généralement les biocarburants produits à partir d'algues vertes et bleues sont principalement du biodiesel, du bioéthanol et du bio-hydrogène (Dalena et al., 2017). Alors que, la production de biogaz par DA à partir de cette biomasse présente certaines contraintes en raison de caractéristiques inhérentes à la biomasse algales, telles que le faible ratio C/ N qui est dans la plupart des cas inférieur à 10, la paroi cellulaire rigide de certaines souches et la distribution macromoléculaire (teneur élevée en protéines ou en lipides). La solution selon la littérature dans ce cas-là est dévoilée par la co-digestion de deux substrats ou plus afin d'obtenir

un substrat plus équilibré pour la digestion. En général, la plupart des études ont montré une amélioration du rendement en méthane, mais d'autres ont signalé des effets négatifs dus à la présence de lignine ou à la concentration élevée d'ammonium dans le co-substrat (Ramos-Suárez et Carreras, 2014).

Les biocarburants de troisième génération produits à travers ces biomasses algales, connues aussi sous le nom de biocarburants avancés ou hydrocarbures verts. Ils ne peuvent pas être distingués de ses équivalents pétroliers (Fenton and Ó huallacháin, 2012). Cependant, du point de vue performance économique, empreinte écologique, dépendance à l'environnement (lumière du soleil) et localisation géographique (latitude), ces types de biocarburants restent insuffisants pour remplacer les combustibles fossiles (Dutta et al., 2014). Ces limitations, poussent les chercheurs de trouver des solutions plus adaptées et plus avancées. L'augmentation de la quantité d'énergie produite, la durabilité et la propreté sont les principales caractéristiques de l'ingénierie métabolique des algues pour la production de biocarburant de quatrième génération, le meilleur alternatif des carburants fossiles jusqu'à l'heure actuelle.

I.4.4 La biomasse de quatrième génération

La biomasse de quatrième génération utilise des algues génétiquement modifiées (AGM) issues de la bio-ingénierie pour améliorer la production de biocarburants. Depuis le début de son exploitation en 1996, la production de cultures génétiquement modifiées (GM) n'a cessé d'augmenter à ce jour (Abdullah et al., 2019). Certains auteurs ajoutent aux microalgues génétiquement modifiés, des microorganismes génétiquement modifiés utilisés comme sources pour la production des biocarburants de quatrième génération tels que des levures, des champignons et des cyanobactéries. Ajoutant aussi que cette biomasse est utilisé pour produire différents carburants, notamment le biodiesel, l'hydrogène, l'éthanol, le butanol, le méthane, l'isoprène, l'essence et le carburéacteur (Alalwan et al., 2019).

Des stratégies courantes utilisées dans la modification génétique des microalgues visent à développer des AGM dans des conditions environnementales difficiles, des conditions de CO₂ élevées, à améliorer la pénétration de la lumière pour une photosynthèse efficace, à minimiser les risques de photo-inhibition, à améliorer le taux de croissance globale de la biomasse en mesure d'augmenter les teneurs de la biomasse en lipides (matière première de biocarburant) (Tandon et Jin, 2017).

Les principaux avantages des microalgues utilisées dans la quatrième génération sont leurs grandes capacités d'adaptation à presque n'importe quelle situation, même dans les eaux usées ou salées, et leurs taux de croissance beaucoup plus rapide avec une productivité très

élevée (10 à 100 fois plus élevée), leur fixation photosynthétique efficace du CO₂ sans nécessiter de milieu de culture spéciale et coûteuse. Ces micro-algues peuvent aussi produire de l'huile en 3 à 5 jours avec une récolte quotidienne (Moravvej et al., 2019). Pareillement elle permet qui ? de créer un puits artificiel de Carbone pour éliminer ou réduire les émissions de Carbone, ce qui permet d'obtenir un rendement préférable en hydrogène sur Carbone (H/C)(Alalwan et al., 2019).

Bien que le biocarburant de quatrième génération soit une alternative bien connue aux combustibles fossiles, les risques potentiels d'algues génétiquement modifiées pour l'environnement et la santé sont toujours très préoccupants. A ce titre, des chercheurs avaient fixés des objectifs de recherche afin d'examiner les risques liés à la production, à la gestion et à l'élimination des biocarburants de quatrième génération (BQG), de découvrir les principales risques pour l'environnement et la santé, de suggérer des moyens par lesquels la production de biocarburant de quatrième génération (BQG) peut répondre aux aspects pratiques de la croissance des contraintes et de l'élimination des sous-produits (Abdullah et al., 2019).

I.5 La biomasse lignocellulosique

Généralement les matériaux lignocellulosiques ce sont des fibres composées essentiellement de cellulose, hémicelluloses et de la lignine. Plus précisément, à l'intérieur des fibres se trouve la cellulose concentrée, alors que l'extérieur est composé principalement des lignines et d'hémicelluloses (Figure 2). La jonction inter-fibres est assurée uniquement par des lamelles de lignine, cependant que le lient de la cellulose et des lignines est assuré par les hémicelluloses. La complexité de la matrice est augmentée par un réseau supplémentaire de pectines. Un réseau secondaire de protéines HRGP (Hydroxyproline Rich Glyco Proteins) peu solidifie le réseau polysaccharidique à la fin de la croissance végétale (Figure 3) (Rousset, 2004) (Letellier et Fleurent Didier, 2012). Récemment, en raison de leur densité d'énergie élevée, de leur faible hygroscopie et de leur caractère moins corrosif pour le transport, les biocarburants à base lignocellulosique attirent de plus en plus d'attention (Dutta et al., 2014). Sont des biocarburants qui nécessitent des équipements de production et de traitement les plus sophistiqués, des investissements plus importants par unité de production et des installations à plus grande échelle pour limiter et réduire les coûts d'investissement (Ali et al., 2019). Pour réduire les coûts de production, plusieurs défis liés à la conversion de la biomasse lignocellulosique en biocarburants doivent être évalués et résolus (Ciolacu, 2018).

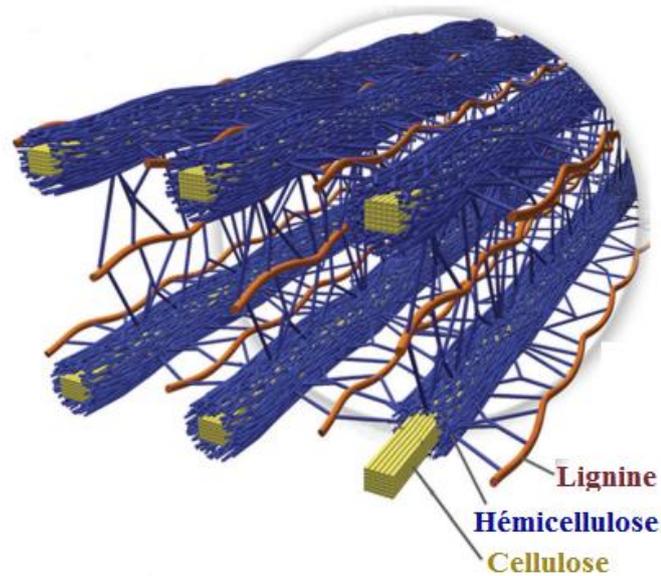


Figure 2: Disposition spatiale de cellulose, hémicellulose et de la lignine dans les parois cellulaires de la biomasse lignocellulosique source (Welton et al., 2013)

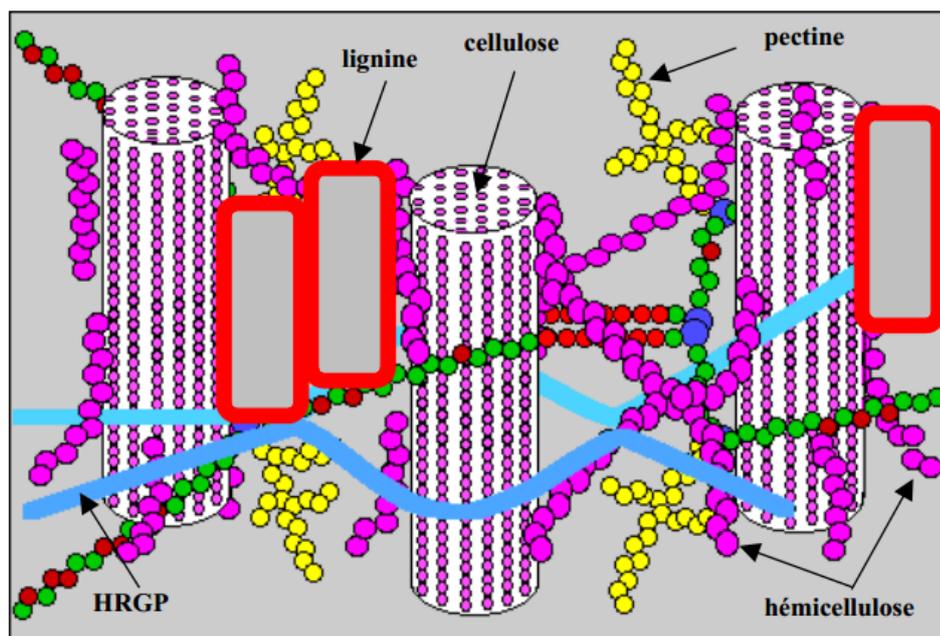


Figure 3 : Représentation schématique d'une fibre lignocellulosique de bois.
Source: (Rousset, 2004)

I.5.1 La cellulose

La cellulose est le biopolymère le plus abondant dans la nature et le principal composé des matériaux lignocellulosiques. C'est un homopolymère semi-cristallin dont le motif monomérique est le glucose sous sa forme du D-glucose (cellobiose). Ce dernier, forme une chaîne linéaire pouvant varier de 200 à 14000 entités liées par des liaisons glycosidiques β - (1 \rightarrow 4) (Figure 4). Ces entités contiennent des parties cristallines hautement ordonnées résistantes

à la dégradation et des parties amorphes faiblement ordonnées plus sensibles à la dégradation chimique et biologique (Gatt, 2019) (Doiseau, 2014).

La cellulose est un composé très résistant, insoluble dans de nombreux solvants conventionnels et peu réactive. Les micro-fibrilles formées à partir de l'association de nombreuses molécules de cellulose sont les responsables à ces caractéristiques, parce que l'assemblage de ces micro-fibrilles en fibres favorise l'établissement d'un état solide ordonné, cristallin. Ainsi que l'établissement de liaisons hydrogène intra-chaînes à partir de la disposition des hydroxyle libres des glucoses permet la stabilisation de la molécule dans son orientation linéaire ce qui lui confère une certaine rigidité (Charlotte Moine, 2005).

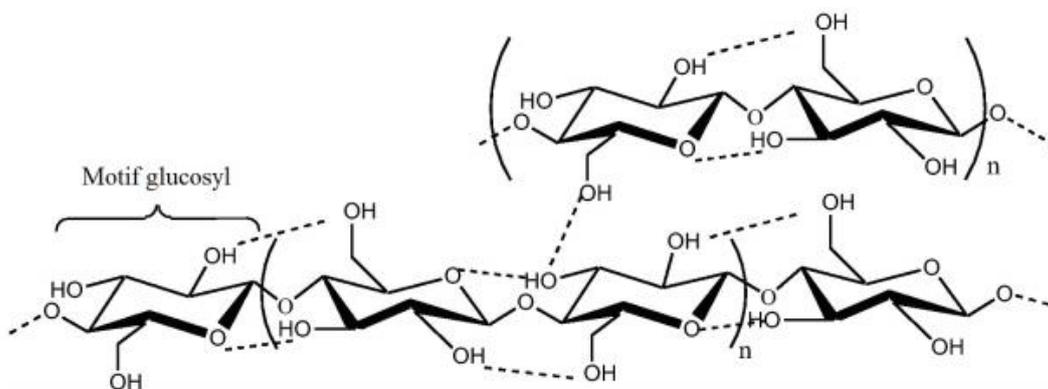


Figure 4: structure de la cellulose ; source (Doiseau, 2014)

I.5.2 Les hémicelluloses

Les hémicelluloses assurent le lien entre les fibres de cellulose et la lignine et donnent une cohésion à l'ensemble du réseau cellulose-hémicellulose-lignine. Ils sont considérés comme les deuxièmes polymères d'origine naturelle après la cellulose par ordre d'abondance dans la nature. Les hémicelluloses sont solubles dans l'eau et pouvant être extraits de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines (Mogni, 2015).

Les hémicelluloses sont des polymères ramifiés ont des structures plus hétérogènes que la cellulose et se composent d'un squelette polysaccharidique constitué de différents monosaccharides (Dalena et al., 2017). Les hémicelluloses libèrent par hydrolyse acide ou enzymatique, des pentoses (xylose, arabinose), des désoxyhexoses (fucose et rhamnose), des hexoses (glucose, mannose, galactose) et des acides uroniques (Figure 5) (Charlotte Moine, 2005). Les hémicelluloses et la cellulose forment l'holocellulose.

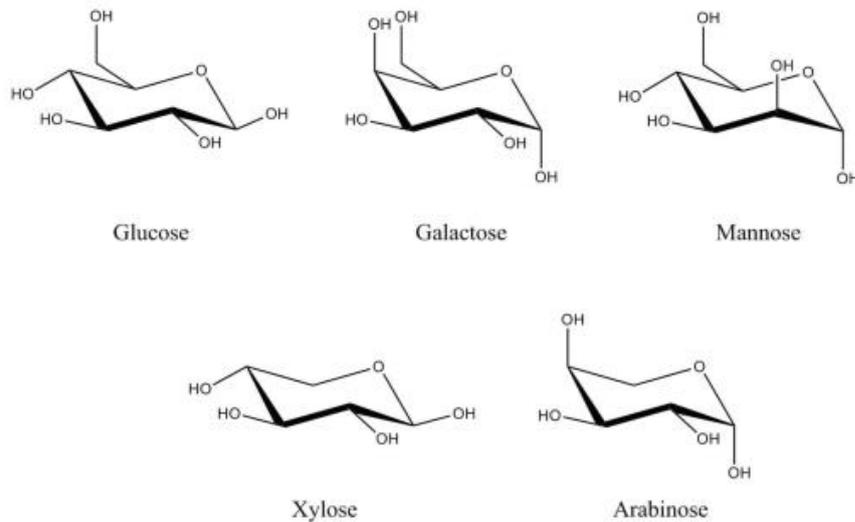


Figure 5: sucres présents dans les hémicelluloses ; source (Doiseau, 2014)

I.5.3 La lignine

La lignine est un hétéropolymère aromatique, amorphe et hydrophobe rigide, caractérisée par une structure polyphénolique très complexe et variable, constituée d'un assemblage de trois alcools phénylpropanes différents, tels que les groupements p-hydroxyphényle (H de l'alcool coumarylique), guaïacyle (G de l'alcool coniférylique) et syringyle (S de l'alcool sinapylique) que l'on désigne sous le terme général de monolignols (Figure 6). Ces polymères existent avec de petite (faible) quantité d'autres composants, tels que des groupes acétyles, des substituants minéraux et phénoliques (Barakat et al., 2015).

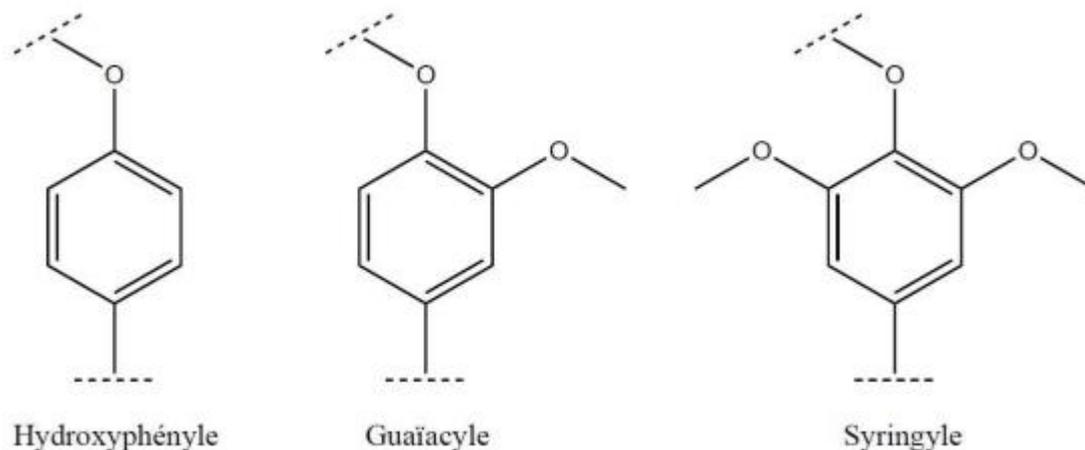


Figure 6: Motif phénolique présent dans la lignine ; source (Doiseau, 2014)

Sous l'influence d'enzymes (laccases et peroxydases), les monolignols sont oxydés au niveau de la paroi cellulaire en radicaux libres. La variabilité importante dans la structure des

lignines est expliquée par la polymérisation de ses radicaux sans intervention enzymatique. A la fin du développement cellulaire, la cellulose et les hémicelluloses sont incrustés ainsi par la lignine, ce qui assure la rigidité de la paroi, mais lors de l'extraction des hémicelluloses il pose des problèmes (Charlotte Moine, 2005).

I.6 Les palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.)

La biomasse utilisée dans la présente étude est celle de la deuxième génération. Elle est majoritairement constituée par des matériaux lignocellulosiques, qui contiennent diverses quantités de lignine, de cellulose et d'hémicellulose. Elle est représentée par les déchets lignocellulosique des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) de la variété *H'mira* de la région d'Adrar Sud-Ouest de l'Algérie et plus spécifiquement les folioles. Ci-dessous une description générale des déchets des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.), sa définition, sa description morphologique, sa distribution dans le monde et en Algérie, son usage général et son utilisation pour la production de la bioénergie suivie par une description détaillée de la biomasse lignocellulosique qui compose le substrat de l'étude.

I.6.1 Définition des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.)

Le nom scientifique du palmier dattier provient de son fruit, «Phénix» en grec signifie violet ou rouge (fruit), et «*dactylifera*» signifie forme de doigt de la grappe de fruits (Chao et Krueger, 2007). Selon (Al-Alawi et al., 2017) *Dactylifera* est un groupe du mot grec *dactylus*, qui signifie «doigt» et du mot latin «ferous», qui signifie «portant» désigne les grappes de fruits produites par cette plante.

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est une plante pérenne, classée dans le groupe des *Spadiciflores* avec l'existence des dattiers mâles dokhar et des dattiers femelles Nakhla, leur ordre est *Palmale*, la famille des *Palmales* (*Arecaceae*) Angiospermes, monocotylédones, qui comprennent 200 genres et plus de 2 500 espèces, la sous-famille des *Coryphoïdées*, la tribu des *Phoénicées*, Genre : *Phoenix* et Espèce: *Dactylifera* L (Al-Alawi et al., 2017). L'espèce *Phoenix dactylifera* L. est l'une des cinq espèces domestiquées des *Arecaceae* ; les quatre autres espèces sont le palmier areca (*areca catechu*), le palmier pêche (*Bactris gasipaes*), le cocotier (*Cocos nucifera*) et le palmier à huile (*Elaeis guineensis*) (Jaradat, 2015).

I.6.2 Description morphologique du palmier dattier

La description morphologique de cette espèce selon plusieurs auteurs est comme suit : est une plante monocotylédone à croissance apicale dominante composé de 3 parties, un système racinaire, un organe végétatif composé du tronc et de feuilles et un organe reproductif composé d'inflorescences mâles ou femelles (Figure 7) (Freha, 2015).

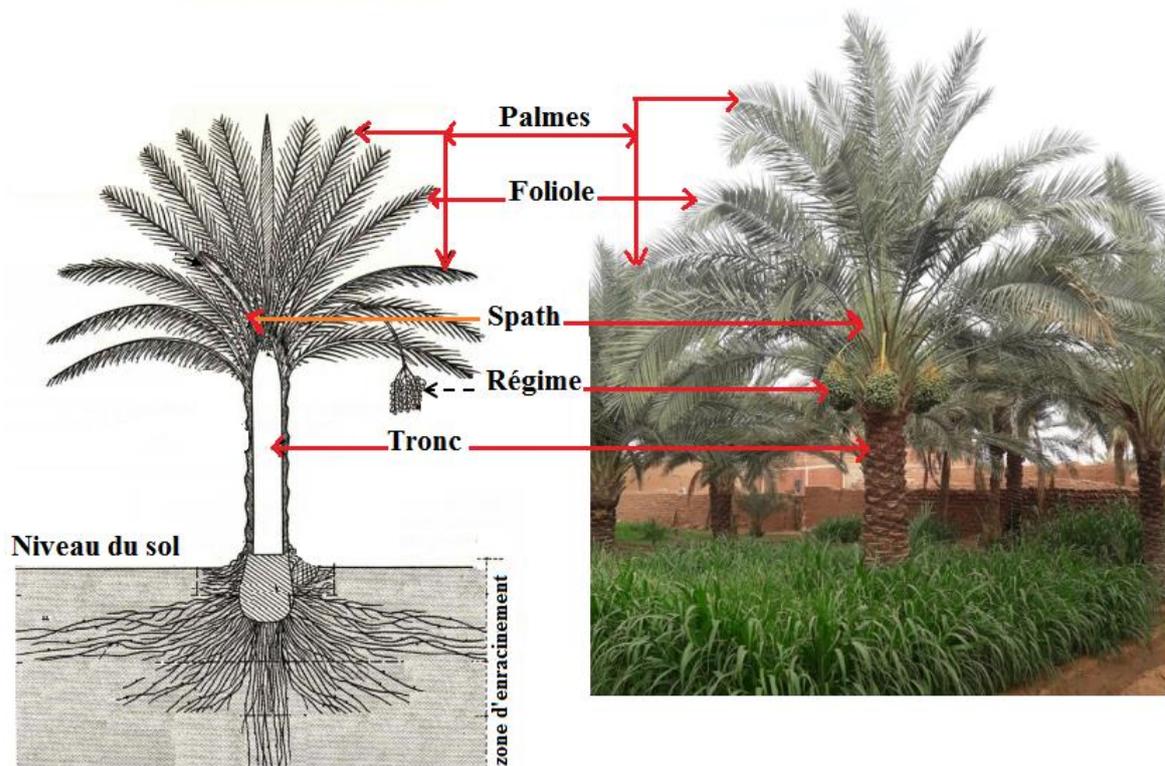


Figure 7: Schéma descriptif d'un palmier-dattier, source (Chao et Krueger, 2007) modifié.

- a- Le système racinaire du palmier dattier est comme la majorité des monocotylédones dense et de type fasciculé, il est formé de plusieurs types de racines qui émergent partiellement au-dessus du niveau du sol dont le diamètre ne dépasse pas 1,5 cm avec une hauteur allant jusqu'à 50 cm de la base du tronc (Sedra, 2003).
- b- L'organe végétatif est composé d'un tronc ou stipe cylindrique non ramifié couvert par des bases des pétioles des anciennes palmes mortes, lignifiées et de couleur marron brun. La hauteur de stipe peut atteindre de 10 à 30 m mais son épaisseur reste généralement le même durant toute la vie du palmier (Hadj, 2010) (Amine, 2009). Les feuilles du palmier dattier présentent un pétiole et un limbe entier découpé en folioles et une série d'épines solitaires déposées sur un rachis bien développé l'ensemble constitue la palme (Figure 8). Sur le tronc en hélice se pose les palmes avec une dimension qui varie entre 2 et 6 m de longueur. Ces palmes demeurent vert en activité durant 4 à 7 ans; puis se dessèchent, jaunissent, et meurent (Hadj, 2010).

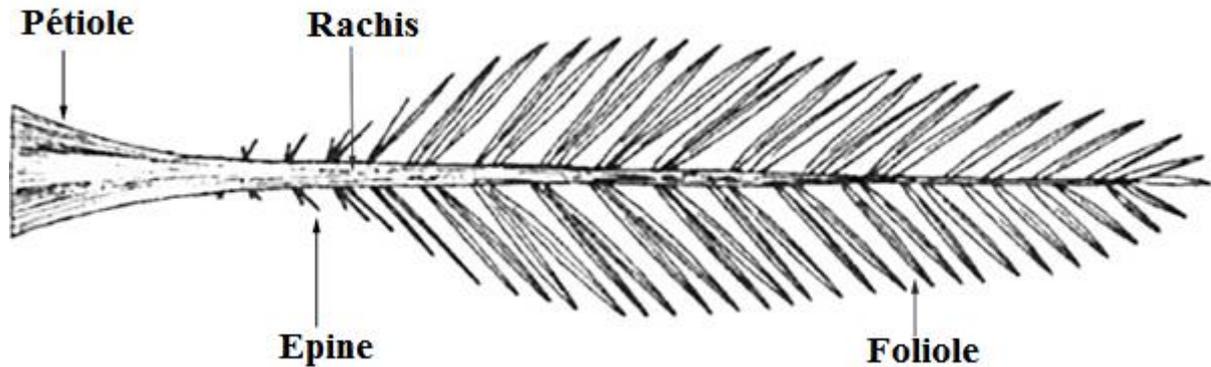


Figure 8 : Schéma du palme de palmier dattier, source (Djoudi et Benbouza, 2013) modifié.

c- L'organe reproductif est composé d'inflorescences mâles ou femelles (est une plante dioïque), les inflorescences (spadices) ont une forme de grappes d'épis (0,25 à 1 mètre de longueur) protégés dans des spathes. Elles sont formées à partir de bourgeons développés à l'aisselle des palmes avec une couleur vert-jaunâtre. Pour une meilleure fécondation en phœniciculture, la pollinisation artificielle est pratiquée (Sedra, 2003) (Hadj, 2010).

I.6.3 Les palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) dans le monde

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), est l'une des plus anciennes cultures fruitières au Moyen-Orient. Selon (Zohary et Hopf, 2000) in (Chao et Krueger, 2007) leur historique commence depuis au moins 5000 ans. Leur origine exacte est inconnue, mais des hypothèses montrent qu'il provient probablement de l'ancienne région de la Mésopotamie (sud de l'Irak) depuis 3000 avant Jésus. Christ) (Branton et Blake, 1989). Il y a aussi des auteurs qui indiquent que leur historique remonte jusqu'à 7000 ans comme (Jaradat, 2015). La distribution naturelle de ces palmiers est généralement dans les zones chaudes et arides par ce qu'il tolère les conditions désertiques et semi-arides. Spatialement, ces palmiers se répartissent à travers le monde comme le montre la Figure 9. L'Asie est classée en première position avec 60 millions de palmiers dattiers partagés entre Iran, l'Irak, l'Arabie saoudite, le Bahreïn, les Émirats arabes unis, le Koweït, l'Oman, le Pakistan, le Turkménistan et Yémen.



Figure 9: Répartition géographique du palmier dattier dans le monde, source (Djouidi and Benbouza, 2013)

Tableau 1 classement des pays producteurs de dattes à travers le monde en 2013, source (Taghizadeh-alisarai et al., 2019)

Payé	Production par Tons	Pourcentage %	Classement
Egypte	1501799	19,69	1
L'Iran	1083720	14,21	2
Arabie Saoudite	1065032	13,96	3
Algérie	848199	11,12	4
Irak	676111	8,86	5
Pakistan	526749	6,91	6
Soudan	437835	5,74	7
Oman	269000	3,53	8
Emirats Arabes Unis	245000	3,21	9
Tunisie	195000	2,56	10
Libye	174040	2,28	11
Chine	150000	1,97	12
Maroc	107611	1,41	13
Yémen	54197	0,71	14
Autres	293331	3,85	
Totale	7627624		

En deuxième position se trouve l'Afrique avec 32,5 millions de palmiers dattiers répartis sur l'Égypte, l'Algérie, la Libye, le Mali, le Maroc, la Mauritanie, le Niger, la Somalie, le Soudan, le Tchad et la Tunisie (Freha, 2015). Dernièrement, cette culture a été également introduite dans des nouvelles zones comme l'Australie, l'Espagne, le sud de la Chine, la

Californie, le Mexique, l'Afrique australe, l'Inde, les États-Unis et l'Amérique du Sud (Terral et al., 2012). Le tableau 1 représente le classement des pays producteurs de dattes à travers le monde en 2013 FAO in (Taghizadeh et al., 2019).

I.6.4 Les palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) en Algérie

Au début du XXe siècle, le nombre de palmiers dattiers en Algérie était très faible par rapport à l'heure actuelle, il ne dépassait pas les 4,5 millions de palmiers. Le palmier était cultivé comme culture de subsistance basée principalement dans son irrigation sur les eaux souterraines grâce au système traditionnel de foggaras (conduites souterraines gravitaires), d'eau de ruisseaux et d'autres sources. Avec l'amélioration des techniques de culture et l'introduction des cultures du sous-étage, en particulier les arbres fruitiers, le nombre est augmenté jusqu'à environ 6,7 millions de palmiers pendant la période coloniale en Algérie. Après l'indépendance du pays, la culture du palmier dattier a commencé à se réorganiser avec des actions entreprises, soutenues par la FAO, menant à la création de stations de recherche dans le sud de l'Algérie (Bouguedoura et al., 2015).

A partir des années 1980, et avec la création des nouvelles routes et l'électrification rurale, le partage des techniques et des plantes a été facilité. Par la suite, en 1983, le nombre de puits profonds a été multiplié par 10 grâce à l'aide financière du gouvernement, et parallèlement la superficie des plantations irriguées est augmenté (Perrière et al., 1995). En 1990 le nombre de palmiers dattiers est augmenté de 8 à 9 millions grâce à la création des vastes zones à Biskra, El Oued, El Guerrara, El Meniaa, Adrar et In Salah. Avec la généralisation du système d'irrigation par goutte à goutte une nouvelle expansion aurait connu par les palmeraies algériennes en 2002 qui atteint 120830 ha contenant 13,5 millions palmiers dattier. Alors qu'en 2015, le nombre atteint 18 millions de palmiers dattiers occupant 169380 ha (Bouguedoura et al., 2015). Ce nombre est réparti sur 16 wilayas comme le montre la Figure 10, dont 4 wilayas seulement représentent 83,6% du patrimoine phoenicicole national : Biskra 23,27 %, El-Oued 20,35 %, Adrar 21,23 %, et Ouargla 13,91% comme il est représenté dans le Tableau 2 (Fadlaoui, 2017).

Près de 1 000 variétés ont été inventoriées en Algérie et distribuées sur les régions orientale, centrale et occidentale du pays. Certaines variétés se trouvent dans deux ou trois régions, mais la plupart sont limitées à leurs régions d'origine (Moussouni et al., 2017).

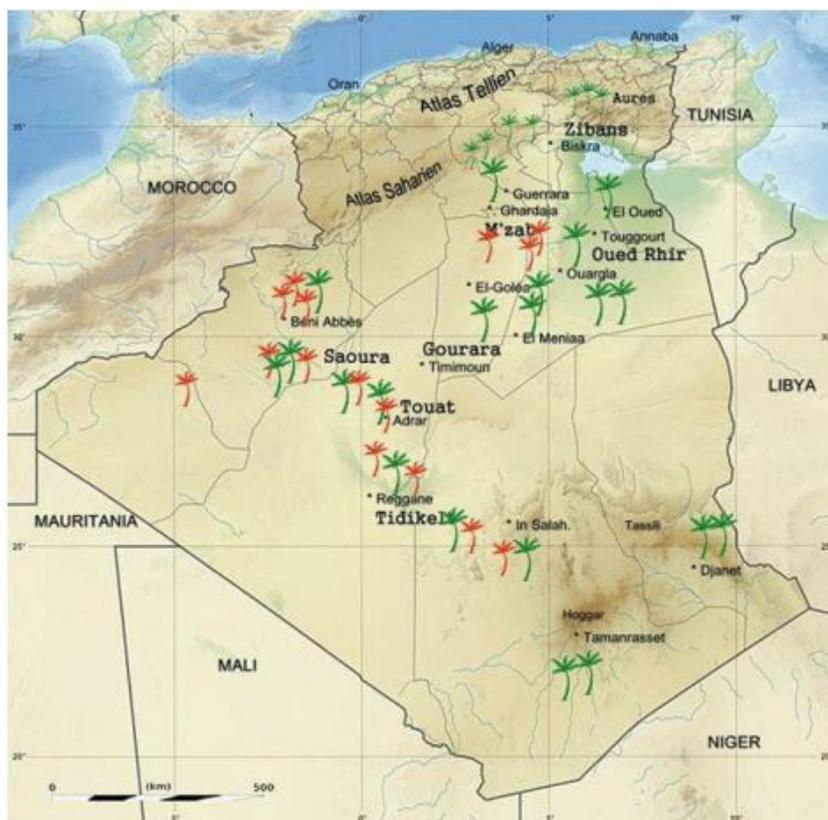


Figure 10: Carte de l'Algérie indiquant les différentes zones de palmiers dattiers ; ceux en rouge sont infestés de bayoud, ceux en vert ne sont pas infestés, Source (Bouguedoura et al., 2015).

Tableau 2: Nombre de palmiers dattier en Algérie par wilaya en 2014, source ministère de l'agriculture in (Fadlaoui, 2017).

Wilaya	N de palmiers dattier	Pourcentage en %	Classement
Biskra	4286350	23,27	1
El-oued	3747330	20,35	2
Adrar	3725420	20,23	3
Ouargla	2562268	13,91	4
Bechar	1626432	8,83	5
Ghardaia	1230910	6,68	6
Tamanrasset	688947	3,74	7
Ilizi	129103	0,70	8
Khenchela	124042	0,67	9
El-bayadh	63900	0,35	10
Tébessa	61400	0,33	11
Naama	50600	0,27	12
Tindouf	45206	0,25	13
Laghouat	37276	0,20	14
Batna	29146	0,16	15
Djelfa	10100	0,05	16
Totale	18418430	100,00	

I.6.1 Les palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) dans la région d'Adrar

La région d'Adrar, située dans le sud-ouest Algérien, est une région saharienne où la phoeniculture occupe une place importante dans l'agriculture. Un chiffre de 3,673,399 palmiers dattiers a été recensé en 2008 selon (Laaboudi et al., 2011). Le nombre est augmenté jusqu'à une valeur de 3,744,418 palmiers dattier en 2014 selon (Bellal, 2018). En 2019 le nombre des palmiers dattier est devenu 3,798,759 (DSA, 2019)

I.6.2 Les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

Le choix des déchets des palmiers dattiers (sous-produits) comme substrat pour la présente étude a été effectué grâce à leur abondance au niveau du Sahara Algérien. Ces déchets sont renouvelables grâce à l'opération de taillage annuelle des palmiers dattiers Photo1.



Photo 1 : L'opération de taillage des palmiers dattiers et les déchets produits

Le nombre des catégories de ces sous-produits variés selon les auteurs. Suivant les études de (Ben salah, 2014) ces déchets sont composés principalement de palmes, de régimes et du fibrillum (lif), c'est à dire trois catégorie ligneux évalués à 25 kg/palmier/an. Selon le même auteur, les déchets de fruits écartés et les noyaux ne sont pas comptés à cause de leur destination à l'alimentation du bétail ou à la vente. Dans les travaux de (Bousdira et al., 2014), un palmier dattier mature produit après chaque opération de taillage sept catégories de sous-produits lignocellulosiques représentés par les palmes, les pétioles, le fibrillum (lif), le grappe

de fruits, les spathes, les rachis et les tiges de grappe de fruits, tous ces déchets produisent un poids total moyen atteignant 45 kg/palmier/an.

Le nombre de 3.798.759 palmiers dattiers dans la région d'Adrar (DSA, 2019) comprend environ 76 millions de palmes sèches. Cette quantité importante de biomasse peut être utilisée pour la production de bioénergie, comme le biogaz, grâce à la technologie de digestion anaérobie. L'étude de ce type de substrat nécessite l'étude de chaque variété séparément afin d'avoir une idée précise sur sa capacité de production de biogaz. La variété «*H'mira*» - l'objet de cette étude - est la variété la plus dominante dans la région d'Adrar parmi 190 variétés inventoriées (Bouguedoura et al., 2015). Elle représente un taux de 42,81% soit un nombre de 1.626.450 palmiers (DSA, 2019). La présente étude est basée sur les folioles grâce à leur abondance parmi les différents sous-produits des palmiers dattiers ainsi que de leurs efficacités du bio-conversion et leurs rendements élevés en bioénergie. Les travaux de (Fang et al., 2015) montrent que les folioles possèdent des fractions solides hautement digestibles et fermentescibles, les auteurs enregistrent une convertibilité de glucane à partir des folioles de 100% par rapport à la convertibilité de glucane à partir des rachis qui est seulement de 78%, aussi ils obtiennent un rendement en éthanol de 96% à partir des folioles contre 80% à partir des rachis. Les folioles des palmiers dattiers sont considérées comme des biomasses lignocellulosiques pures. Ci-après une description détaillée de ce type de biomasse.

I.7 Valorisation des déchets de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

Les déchets de palmier dattier représenté essentiellement par les sous-produits de l'opération de taillage annuel, ils sont composés principalement par des déchets lignocellulosiques comme les palmes (folioles, rachis et épines), les pétioles, les régimes, les spathes et les Fibrillums (lif). Les rebuts des dattes et les noyaux sont généralement destinés à l'alimentation du bétail ou à la vente pour cela ne sont pas comptabilisés parmi les déchets (Ben salah, 2014). Ces déchets sont généralement utilisés pour des différentes fins. Ci-dessous les différents types de valorisation des déchets lignocellulosique de palmiers dattiers.

I.7.1 Valorisation générale des déchets de palmier dattier (non énergétique)

I.7.1.1 Utilisation traditionnelle et artisanale

Les agriculteurs autochtones héritent l'utilisation des sous-produits des palmiers dattier pour la fabrication des différents produits traditionnelle et artisanale à des fins personnelles, domestiques et agricoles Tableau 3.

Tableau 3: Utilisation traditionnelle et artisanale des déchets de palmier dattier, source (Bousdira, 2007)

Partie du palmier dattier		Utilisation
Tronc		Toit Portes, Lits, Chaises, Pont et Poutres Zriba, Ruche, Protection des conduites d'Irrigation, Cercueils, Supports des puits et Brise vent.
Palmes	Folioles	Chapeau L'éventails, Tapis de prière (sadjada), Panier, Tapis, Fabrication de papier, Couscoussier et le Zenbille
	Rachis	Lit, chaise, cage, porte et berceau Poudre pour les cheveux Décoration- Lavage des vêtements et de laine Ponçage Piège pour les poissons En poudre, il est utilisé pour le renforcement du contre-plaqué
Pétiotes (Kornaf)		
Régime sans dattes		Plats, Corde, Ballet
Lif		Corde, Lave-vaisselle, Filtres, Semelle, Filets

Ils utilisent les folioles pour la fabrication des chapeaux, des paniers différents dimensions, des tapis, des portes mangés etc...

Les folioles enveloppent les filaments des régimes et des hampes sont utilisé pour la fabrication des assiettes de toute dimension (Tbagues), des portes mangers, de vannerie etc... comme le montre la Photo 2



Photo 2: Utilisation des folioles et fibrillum pour la fabrication de la vannerie et chapeau et cordes

Les palmes sèches sont utilisées pour la fabrication des brises vents, dans la toiture des maisons, comme entourage pour les espaces de repos dans les jardins et les villas et pour la cuisson des repas traditionnels etc...

Les pétioles sont utilisés avec les palmes sèches et les troncs dans les toitures des maisons, pour la fabrication des portes et pour la cuisson des repas traditionnels etc...

Le life est utilisé pour la fabrication des cordes, comme couvercle pour couvrir les pots d'argile traditionnelles (Gulla) afin de sauvegarder la fraîcheur des eaux et des aliments conservés à l'intérieur de ces dernières et comme couvercle pour certains articles artisanales.

Le tronc est utilisé pour la fabrication des portes, dans les toitures, avec les palmes comme bris vent etc...comme le montre la photo 2



Photo 3 : utilisation des troncs, pétioles et palme pour la construction et immobilier

I.7.1.2 Utilisation comme un bio-absorbant

L'article review de (Nujic et al., 2019) prouve que l'application d'absorbant (charbons actifs) à base des fibres de palmier dattier pour le traitement des eaux usées est réussi avec succès. Une élimination importante des différents polluants (comme les colorants synthétiques, les métaux lourds, la matière organique et les nutriments (phosphore)) est obtenu grâce aux grandes surfaces de charbon actif préparé à base ces déchets. Parallèlement, les études réalisé

par (Sirry et al., 2019) sur l'absorption d'ions d'uranium à partir des eaux usées en utilisant le charbon actif à base de noyaux de dattes démontrent une absorbance relativement élevée par rapport aux autres bio-absorbants rapportés dans la littérature. Dans le même sens (Danish et al., 2017) utilisent des grains de dattes pour la préparation de charbon actif. Les résultats démontrent une capacité d'adsorption de 210 mg/g (Figure 11).

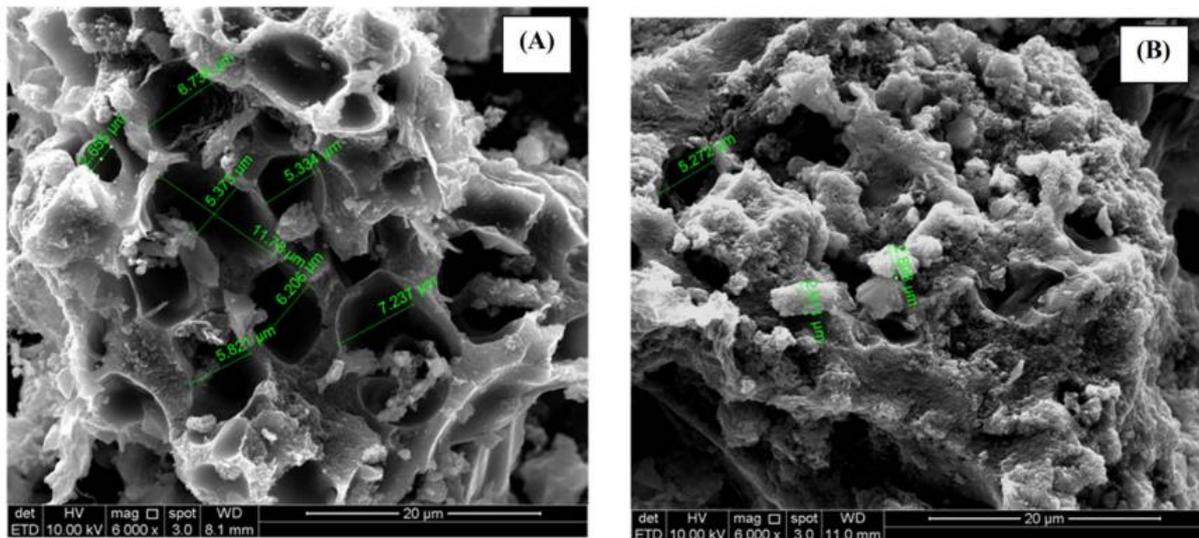


Figure 11 : la grande surface des grains de dattes après transformation en charbon actif. (A) avant (B) après l'adsorption de colorant "Rhodamine B".
Source (Danish et al., 2017)

Également (Darweesh et Ahmed, 2017) trouvent que la capacité d'adsorption de lévofloxacine par le charbon actif préparé à partir des noyaux de dattes est très élevée en comparaison avec les zéolithes synthétiques, les argiles et les biochars. Donc le charbon actif préparé à base des fibres de palmier dattier peut être remplacé le charbon actif commercial pour éliminer les différents polluants grâce à leur capacité élevée d'adsorption et ces faibles coûts.

I.7.1.3 Utilisation comme un matériau composites à fibres naturelles

Les fibres de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L) sont considérées parmi les fibres naturelles qui attirent l'attention de beaucoup de spécialistes dernièrement dans le domaine de matériaux composites pour des différentes applications. (AL-Oqla et al., 2014) citent que ces fibres possèdent des bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique. Des tests des propriétés physiques et mécaniques ont été effectués sur les rachis de trois espèces de palmiers à savoir le palmier canari, le palmier dattier et le palmier washingtonia ainsi que la faisabilité de leur utilisation comme matériau de construction (panneaux de particules) a été évaluée. Les résultats démontrent que les panneaux de particules testés (Figure 12) ont des bonnes propriétés d'isolation thermique ainsi que des mêmes performances comme les panneaux de particules de

bois conventionnels (Ferr et al., 2018).

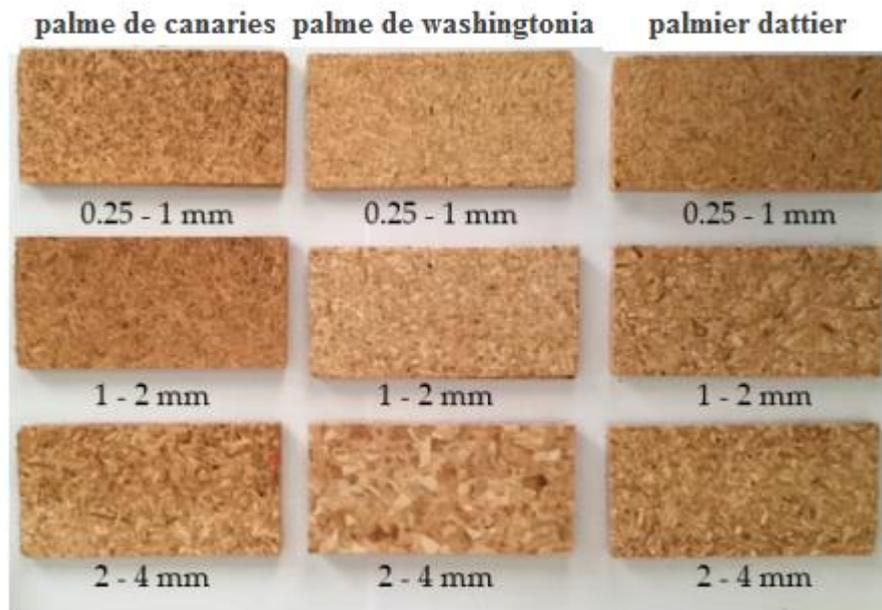


Figure 12 : Panneaux de particules fabriqués avec des rachis de différentes espèces de palmiers, source (Ferr et al., 2018)

Il est cité aussi que les fibres naturelles composites de palmier dattier de différents parties (folioles, régimes, hampes, lifs et rachis) ont des propriétés mécaniques, physiques et thermiques compétitives. En raison de leurs propriétés exceptionnelles, de leur grande disponibilité et de leur prix avantageux, les fibres de palmier dattier peuvent remplacer de nombreuses autres fibres dans de nombreuses applications. Ils ont un potentiel élevé dans le domaine d'isolation thermique et acoustique ainsi que pour le renforcement de nombreux matériaux (Elseify et al., 2019). Une autre étude sur les fibres de rachis du palmier dattier de la variété de *Ghars* démontre que ces fibres peuvent renforcer les bio-composites dans des diverses applications d'ingénierie (Boumediri et al., 2019). Parallèlement une étude sur les fibres de rachis du palmier dattier démontrent que ces fibres peuvent intégrer dans des applications dans la fabrication de cordes ainsi que pour le renforcement de gypse et de composites polymères (Elseify et al., 2020).

I.7.2 Valorisation énergétique des déchets de palmier dattier

La valorisation énergétique des déchets de palmier dattier est abordée par plusieurs chercheurs. Des études expérimentales sur l'évaluation du potentiel énergétique des résidus de palmier dattier (rachis et folioles) démontrent une capacité de 12,1 à 14,4 MJ / kg (Sanjay Kumar et al., 2019). Une valeurs calorifiques supérieures de 18,47 MJ / kg est obtenu par (Akhtar et al., 2019) dans leurs études sur de rachis et folioles. Parallèlement dans les travaux

de (Jonoobi et al., 2019) ils est citée que les folioles seuls possèdent une capacité calorifique entre 17,9 et 19 MJ / kg. Alors que les études de (Mallaki et Fatehi, 2014) sur une mélange de déchet de palmier dattier (folioles séchées, spathes, grains et les pétioles) démontrent une valeur calorifique de 17.6 MJ / kg. A travers ces résultats, le palmier dattier peut considérer comme une source d'énergie alternative durable et renouvelable en utilisant des technologies de bioconversion appropriées pour leur exploitation (Figure 13).

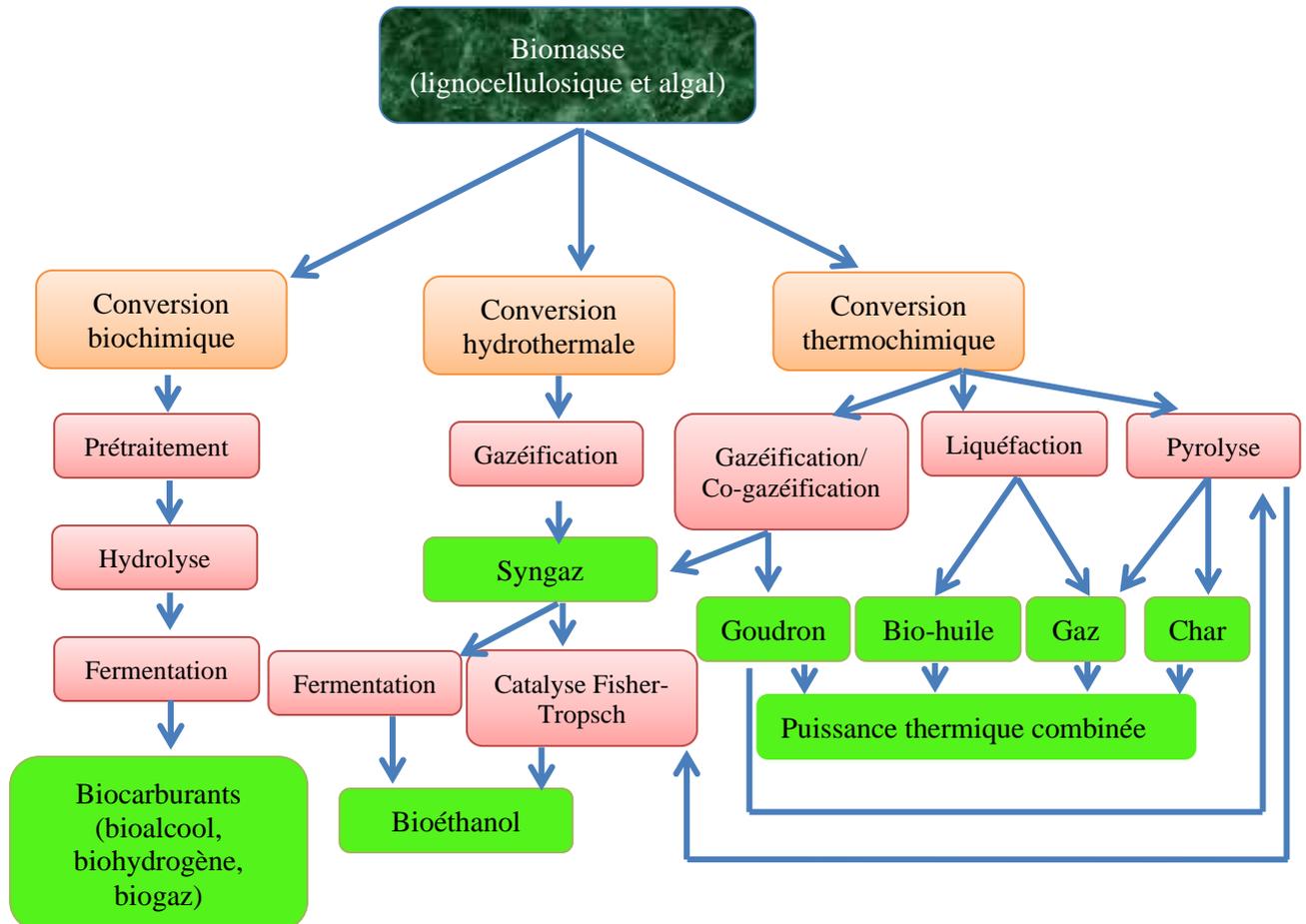


Figure 13: Les trois voies principales de conversion de la biomasse en bioénergie ; source (Zabed et al., 2019)

I.7.2.1 Pyrolyse

Les résidus de palmier dattier ont le potentiel d'être des bonnes matières premières de pyrolyse pour produire des produits biochimiques ou des biocarburants. Sa valeur calorifique élevée fait d'elle une bonne matière première pour différents processus de conversion d'énergie thermochimique (Sulaiman et al., 2019). Une étude de la pyrolyse dans un réacteur à lit fixe à 500°C montre que la foliole est un très bon choix pour la production de biochar et gaz de synthèse avec un rendement de 36,66% et 46,31% en poids respectivement, tandis que la grappe vide est la meilleure biomasse phoenicicole pour produire le bio-huile avec un rendement de

25,99% en poids (Bensidhom et al., 2018). Parallèlement, des études sur les palmiers dattier démontrent que la température et la taille des particules influent sur la composition du gaz produit, le taux de H₂ et CO augmente avec l'augmentation de la température (Sulaiman et al., 2019). En revanche, les noyaux de dattes présentent un meilleur choix pour produire le bio-huile vu sa composition riche en lipide, des études ont montrés que son rendement peut atteindre 68% en poids avec un pouvoir calorifique de 29,06 MJ/ kg ce qui est nettement plus élevé que celui de l'huile de pyrolyse dérivé de la biomasse (Bharath et al., 2020).

I.7.2.2 Production du bioéthanol

La production du bioéthanol à partir des déchets de palmier dattier est une technologie prometteuse grâce à leur faible cout ainsi que à leur disponibilité et leur nature non comestibles qui limitent la concurrence directe avec les produits alimentaires. (Taghizadeh-alisaraei et al., 2019) citent que le coût de production de bioéthanol à partir des folioles de dattes est estimé entre \$0.25 et 0,37 \$ le litre, alors que ce coût est doublé lorsque le bioéthanol est produit à partir des dattes pour devenir 0,68 \$. Il est à signalé que la matière première seulement représente 85,3% du coût total de production. Malgré cela, peu de travaux dans la littérature sur la production du bioéthanol à partir des déchets lignocellulosiques de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.). Un travail sur la production du bioéthanol à partir des folioles et rachis de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est effectué par (Fang et al., 2015). Les résultats de ce travail démontrent que le rendement en éthanol pour les folioles dans les conditions optimales de prétraitement hydrothermal (210°C / 10 min) est 96% contre un rendement de 80% pour les rachis dans les mêmes conditions de prétraitement. Parallèlement (Ali et al., 2015) travaillent sur la production de bioéthanol à partir d'hydrolysats acides de folioles de palmier dattier en utilisant une co-culture de levures *Saccharomyces cerevisiae* et *Pichia stipitis*. Les résultats démontrent que la levure *Saccharomyces cerevisiae* seul donne une faible concentration en éthanol avec 6,68 g / l pendant 30 h d'incubations grâce à la forte présence de xylose qui inhibe la fermentation alcoolique, ainsi que l'incapacité de ce type de levure de surmonté cette inhibition. En revanche, la concentration en éthanol est augmenté lors de l'utilisation de la co-culture *Saccharomyces cerevisiae* et *Pichia stipitis* pour atteindre 10,32 g / l en 66 h d'incubation.

En revanche, la majorité des travaux de recherches dans ce domaine concentrent sur la production du bioéthanol à partir des dattes ou rebuts de datte. Comménçant par un travail sur

la production de bioéthanol à partir de trois variétés de datte de faible valeur marchande (*H'mira*, *Tinacer* et *Kaciene*) qui a été effectuée par (Boulal et al., 2010) depuis 2010 au niveau de l'URERMS d'Adrar. Les résultats de ce travail démontrent que pour 200 g de pulpes de dattes de chaque variété une production de bioéthanol après une étape de distillation de 22°, 19° et 18° pour les variétés *H'mira*, *Tinacer* et *Kaciene* respectivement. Autre travaux sur la production du bioéthanol à partir des sous-produits de datte de la variété «Deglet-Nour», ont été effectués par (Chniti et al., 2014). Les sous-produits de datte ont été obtenus auprès d'une unité de conditionnement tunisienne des dattes. Trois types de levures ont été testés à savoir *Saccharomyces cerevisiae*, *Zygosaccharomyces rouxii* et *Candida pelliculosa*. Les résultats obtenus démontrent que pour une concentration initiale en sucre de 174 kg m⁻³, les concentrations d'éthanol étaient 63 kg m⁻³, 33 kg m⁻³ et 41 kg m⁻³ pour les trois types de levures cités ci-dessus respectivement. Autre travail sur la production du bioéthanol à partir du même type de déchet cité précédemment avec la levure *Saccharomyces cerevisiae* mais cette fois-ci avec deux sources d'azote différentes, inorganique (NH₄Cl) et organique (extrait de levure) a été effectuée par (Chniti et al., 2012). Les résultats démontrent que le meilleur taux en éthanol (50 g/L) est obtenu avec l'azote organique contre 36,79 g/L pour l'azote minéral. Parallèlement (Boulal et al., 2019) produisent un bioéthanol issu de déchets de dattes (*Phoenix dactylifera* L) de faible valeur marchande. Ils obtiennent un pourcentage de bioéthanol de 96,83% avec une densité de 872,5 kg / m³.

I.7.2.3 Production du biodiésel

Selon la littérature actuelle, la production du biodiésel ne s'effectue pas à partir des déchets lignocellulosiques des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) cités en-dessus comme les palmes (folioles, rachis et épines), les pétioles, les régimes, les spathes et les fibrillums (lif) malgré la possibilité de production du biodiésel à partir de la lignine comme il est cité dans les travaux de (Zhang et al., 2019). La majorité des travaux concentrent sur la production de biodiésel à partir des grains de datte à cause de leurs richesses en huiles. Une étude sur la production du biodiésel à partir des grains de datte de variété Iraquienne a été effectuée par (Fadhil et al., 2017). Les résultats de cette étude démontrent que le rendement en huile à partir des grains est atteint 10,50%. Cette quantité d'huile donne un rendement maximal en biodiésel de 52,67% ± 1,50. Parallèlement (Al-muhtaseb et al., 2019) travaillent sur la production du biodiésel à partir des graines de dattes de variété Omanienne. Les résultats de ce travail démontrent un rendement en biodiésel de 91,6%.

Par ailleurs, peu de travaux de recherches utilisent les rebuts de datte comme source de

biodiésel. Dans ce cadre (Ghasemi et Moosavi-Nasab, 2020) travaillent sur la production de biodiesel à partir de dattes de variété Iranienne de mauvaise qualité. Les résultats obtenus démontrent un biodiesel qui répond aux normes internationales avec un indice de cétane (52,26), pouvoir calorifique de 40,19 MJ / kg et une densité de 878 kg / m³.

I.7.2.4 Production du biogaz

Les technologies de production du biogaz focus généralement sur deux types de gaz essentiels à savoir le méthane CH₄ et l'hydrogène H₂ grâce à leurs pouvoirs calorifiques élevés.

Les déchets lignocellulosiques des palmiers dattiers sont difficilement biodégradables pour cela, peu d'articles utilisent la technologie de digestion anaérobie pour la production du bio-méthane à partir de ce type de déchet. Ce type de déchet nécessite un prétraitement avant digestion. Une étude sur la production du bio-méthane à partir d'un mélange de déchet de palmier (pétiole, de rachis et folioles) prétraité par Ca(OH)₂ a été réalisé par (Ismail; et Talib, 2014). Les résultats démontrent que les digesteurs thermophiles produisent et 118,38 ml CH₄/ gMO alors que les digesteurs mésophiles produisent seulement 85,9 ml CH₄/ gMO.

En revanche, la majorité des articles traitent la digestion anaérobie des déchets des dattes ou bien directement des dattes communes de faible valeur marchande pour la production du bio-méthane car ce type de substrat est facilement biodégradable. Les dattes commune de la variété *Digal* de la province de Diyala en Iraq ont été utilisés comme substrat pour la production du bio-méthane dans les conditions thermophile (55°) et mésophiles (37°) (Lattieff, 2016). Les résultats démontrent un rendement en méthane de 133 ml / gMO et 182 ml / gMO pour les conditions thermophile et mésophiles respectivement. Parallèlement, les sous-produits de l'industrie du sirop de datte de la variété *Zahdi* en Irak ont été utilisé pour la production du bio-méthane par (Jaafar, 2010). Un rendement en méthane de 613 ml CH₄/ gMO a été obtenu par le substrat contenant l'extrait de levure comme nutriment en comparaison avec 579 ml CH₄/ gMO produit auprès de substrat brute.

Passant à la production du bio-hydrogène à partir des déchets lignocellulosiques des palmiers dattiers. Les travaux à propos de ce sujet sont très rares. Un article sur la production de bio-hydrogène à partir de dattes pourries de l'Egypte montre un rendement en bio-hydrogène de 162 ml H₂/g de datte (Abd-alla et al., 2011).

I.8 Conclusion

Ce chapitre abordait le sujet de la biomasse en général, ses différentes définitions, ses différentes sources ainsi que les quatre générations de celui-ci. La concentration était sur la biomasse lignocellulosique et surtout celui du palmier dattier qui constitue le substrat de la

présente thèse. Les palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) sont discutés en détail sa définition, sa description morphologique, sa distribution dans le monde en Algérie et dans la région d'Adrar. Le nombre des palmiers dattiers, ses différentes variétés et surtout la variété *H'mira* et ses différents types de déchets surtout les folioles sèches (substrat de la présente thèse) sont discutées en détail aussi. A la fin de ce chapitre une discussion des différents types de valorisation des déchets de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et surtout la valorisation énergétique a été évoquée.

Parmi les différents types de valorisation énergétique des déchets lignocellulosiques des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) il y avait la technique de digestion anaérobie pour la production du bio-méthane. Cette technique est facile, moins coûteuse, caractérisée par trois avantages à savoir l'élimination des déchets, la production de la bioénergie (CH₄) et la production d'un fertilisant riche en nutriment pour les sols squelettiques sahariens. C'est une technique qui a contribué effectivement au développement durable, malgré cela, les articles qui traitent la digestion anaérobie des déchets lignocellulosiques des palmiers dattiers sont très rares. La majorité des articles traitent les dattes de faible valeur marchande ou bien les déchets des dattes et les grains des dattes qui sont généralement orientés vers l'alimentation des bétails. Pour cela, parmi tous les types de valorisation énergétique évoqués ci-dessus, le choix était sur la technique de digestion anaérobie. Le chapitre qui suit traite une description détaillée du processus de digestion anaérobie ainsi que les différentes techniques d'amélioration de la DA de la biomasse lignocellulosiques.

**CHAPITRE II : ETUDE
THEORIQUE DE LA DIGESTION
ANAEROBIE**

II.1 Introduction

Parmi les techniques prometteuses de valorisation et transformation de la biomasse en énergie renouvelable il y a la digestion anaérobie (DA). Est un procédé biochimique qui permet la bioconversion des déchets organiques en produits gazeux (CH_4 et CO_2) et en fertilisant stable (digestat) en absence d'oxygène. Le biogaz est peut utiliser pour la production d'électricité, de chaleur ou bien comme carburant pour les véhicules comme illustre la Figure 14. Ce procédé passe par une succession des étapes liées étroitement entre elles. Chaque étape est réalisée par un groupe des microorganismes. L'opération globale est contrôlée par des différents facteurs physiques et chimiques. Ce chapitre discute le processus de la digestion anaérobie, ses définitions, ses étapes, sa microbiologie et les facteurs influençant ce dernier. Il discute aussi les différentes techniques de prétraitement de la biomasse lignocellulosique à fin d'améliorer la digestion anaérobie ainsi que les produits de la méthanisation (biogaz et digestat).

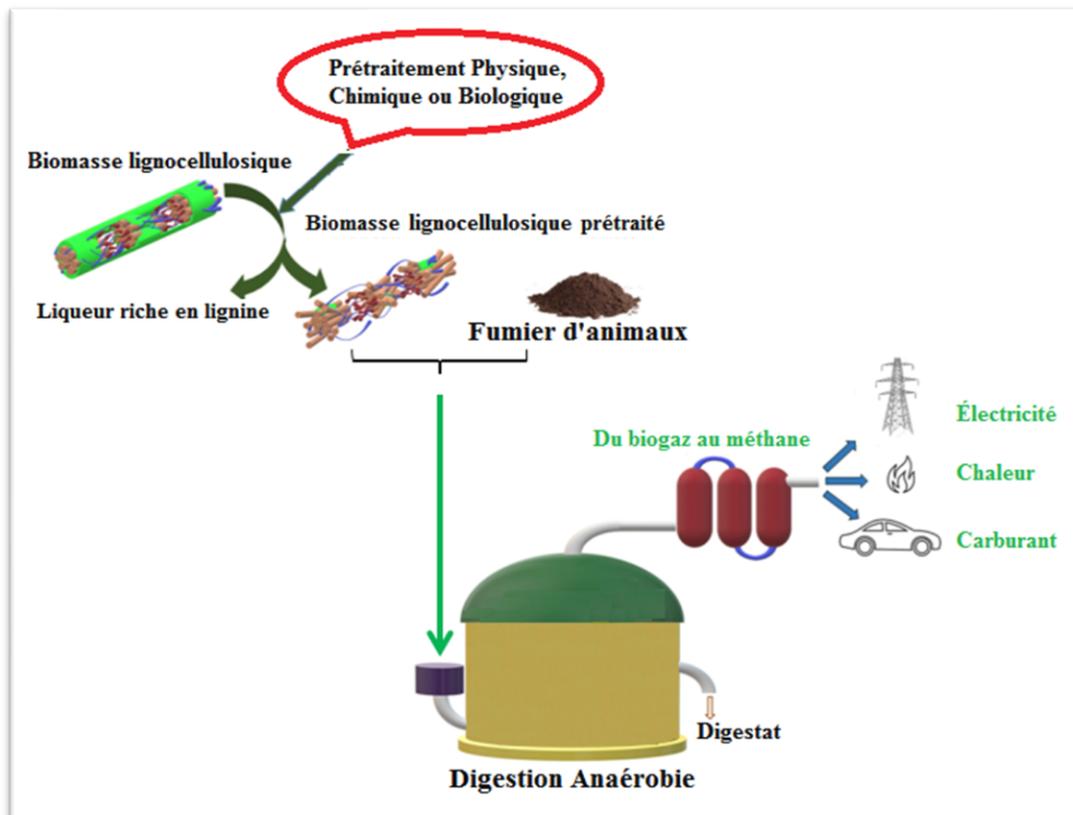


Figure 14 : Valorisation la biomasse en bio-méthane par digestion anaérobie ; source (Abraham et al., 2020b) modifier.

II.2 Définitions de la digestion anaérobie

Certains chercheurs considère la DA comme une technologie simple, qui convertit l'énergie liée chimiquement dans la matière organique soluble en un produit gazeux riche en énergie (CH_4) et un sous-produit stabilisé riche en éléments nutritifs (Digestat) (Wellinger et al., 2013). Elle est considérée aussi comme l'un des procédés les mieux adaptés pour la stabilisation et le traitement des boues primaires des stations d'épuration des eaux usées. Une réduction nette de la quantité des solides et la destruction des organismes pathogènes sont également accomplies dans le processus (Ersahin, 2018). D'autres ont défini la DA comme une succession de processus biologiques dans lesquels les microorganismes décomposent les matières biodégradables en absence d'oxygène (Huang, 2012).

Dans le même optique, l'association RECORD considère la DA comme une minéralisation de la matière organique en dioxyde de Carbone et en méthane. Aussi, ce phénomène est le résultat d'une succession de réactions biochimiques réalisées en conditions anaérobies dans un milieu très réducteur (Record, 2009). Certains d'autres, expliquent le terme «digestion anaérobie» par le fait que les bactéries transforment le substrat et le digèrent, libérant du CH_4 , du CO_2 et d'autres gaz en trace (Tasneem et al., 2012). Elle est également appelée « fermentation anaérobie » ou simplement « fermentation ». Elle est essentiellement un processus biologique avec des réactions chimiques / biochimiques associées, il peut être correctement appelé une « réaction ».

Dans ce cadre, (Gerardi, 2003), cite que le terme «fermentation» a été d'abord utilisé par Pasteur pour définir la respiration en absence d'oxygène moléculaire libre. La fermentation peut être définie comme une respiration dans l'obscurité (pas de photosynthèse) et n'implique pas l'utilisation d'oxygène moléculaire libre. De ce fait, les ions de nitrate ou nitrite se sont les accepteurs finaux des électrons des composés organiques dégradés. Par conséquent, la respiration peut se produire par plusieurs voies fermentatives, y compris la réduction des sulfates, la production d'acide mixte et la production de méthane. Brièvement, la fermentation est une forme de respiration anaérobie. Deux types de bactéries responsables de cette opération, anaérobies facultatifs et anaérobies strictes. Cette fermentation implique la transformation de composés organiques en divers produits inorganiques et organiques. Pendant la fermentation, une partie d'un composé organique peut être oxydée tandis qu'une autre partie est réduite. C'est à partir de cette oxydo-réduction des composés organiques que les bactéries de fermentation obtiennent leur énergie et produisent de nombreux composés organiques simples et solubles.

Par ailleurs, la DA est considérée comme une technologie très flexible, acceptant une

large gamme de différents types de substrats, produisant un support énergétique (méthane). Le méthane résultant peut être directement injecté dans le réseau de gaz ou utilisé comme carburant pour les véhicules. Alternativement, il peut être converti en électricité. La flexibilité et la simplicité du processus de DA peuvent ainsi contribuer à la durabilité économique et environnementale grâce à la réutilisation du digestat résiduel comme amendement du sol et au recyclage potentiel des éléments nutritifs des plantes en tant que NH_4^+ et PO_4^{3-} dans le liquide de digestion. De cette façon, la DA permet de fermer les cycles de l'énergie, de l'eau et des nutriments à différentes échelles, ressemblant ainsi à la «politique de non-déchets» intrinsèque à la nature (Wellinger et al., 2013) .

II.3 Le processus de digestion anaérobie (AD)

Selon les types de microorganismes ainsi que les réactions chimiques et ou biochimiques effectuées (voies métaboliques), les spécialistes ont divisé le processus de DA à plusieurs étapes. L'hydrolyse, l'acidogénèse, l'acétogénèse et la méthanogénèse, ce sont les étapes citées par la majorité des auteurs (Akunna, 2019), (Gould, 2015), (Wukovits et W Schnitzhofer, 2009) ainsi que d'autres. (Tezel et al., 2011) ainsi que (Stamatelatou et al., 2011) ajoutent la phase de désintégration avant la phase d'hydrolyse. D'autres groupe de chercheur, comme (Moletta, 2008), (Verma, 2002), (Borja, 2011) et d'autres, regroupent les deux phases d'hydrolyse et d'acidogénèse en une seule phase appelée « hydrolyse et acidogènes » car elles sont effectuées par le même groupe de bactéries « entérobactéries » . En revanche, (Zhang, 2014), regroupe l'acidogénèse et l'acétogénèse en une seule étape nommée fermentation. Chaque étape est effectuée par une communauté de bactéries et d'archéobactéries qui agissent en tant qu'élément métabolique pour produire le méthane et le dioxyde de Carbone par une série de réactions séquentielles et simultanées. Les produits finaux d'un métabolisme du groupe sont employés comme substrat par le prochain groupe. Ci-dessous, une explication détaillée de toutes ces étapes (Figure 15).

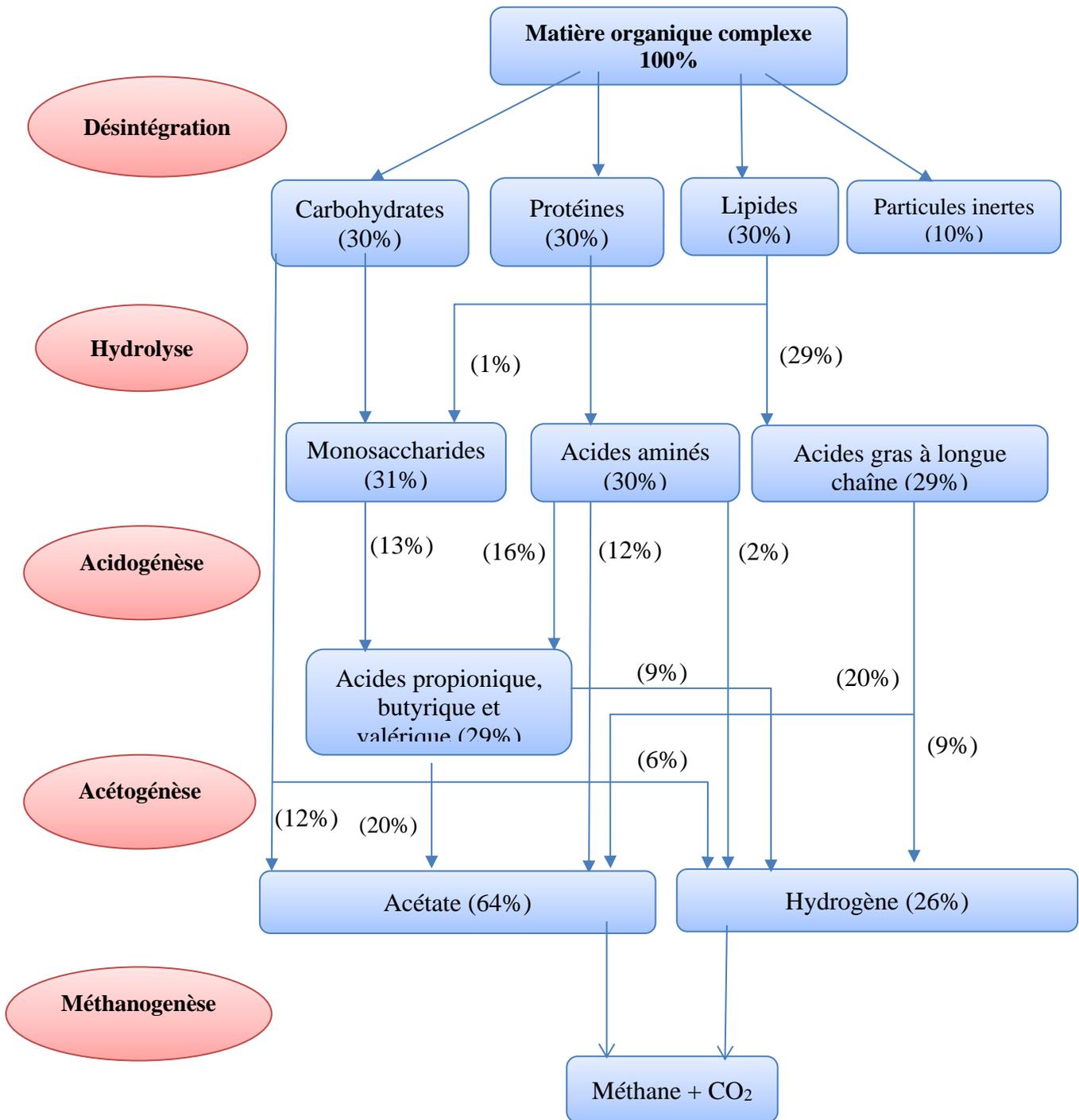


Figure 15 : les étapes du processus de digestion anaérobie ; Informations collectées auprès de (Batstone et al., 2002)(Stamatelatou et al., 2011)

II.3.1 Désintégration

La première étape dans le processus de digestion anaérobie est la désintégration. Selon (Tezel et al., 2011) ainsi que (Stamatelatou et al., 2011), la désintégration est un processus physique plutôt qu'un processus biochimique, qui provoque la dissociation des déchets complexes en des polymères organiques comme les carbohydrates, les protéines, les lipides et les particules inertes. Par conséquent, et selon (Batstone et al., 2002) l'étape de désintégration pourrait peut comprendre un ensemble de processus telles que la lyse, la désintégration non enzymatique, la séparation de phases, et la rupture physique comme le cisaillement. (Appels et al., 2008) ont démontré que toutes les techniques de prétraitements entraînent une lyse ou une désintégration des cellules de boue, libérant et solubilisant la matière intracellulaire pour les prochaines étapes de la digestion anaérobie, transformant la matière organique réfractaire en espèces biodégradables et rendant ainsi le matériau plus facilement disponible pour les microorganismes. (Souza et al., 2013) démontrent que le prétraitement augmente la cinétique de désintégration des particules organiques complexes. (Zubrowska-sudol et al., 2018) trouvent que la désintégration mécanique des boues avant digestion a contribué à la libération de composés rganiques des boues activées ultérieurement, améliorer la digestion anaérobie sans intensifier le processus d'acidification.

II.3.2 Hydrolyse

La deuxième étape est l'hydrolyse. Selon le (CNRTL, 2017), l'hydrolyse est le fractionnement d'un composé par l'action directe ou indirecte de l'eau, de façon qu'il apparaisse de nouvelles molécules, "hydro" signifie "eau" "lyse" signifie "fractionnement". (Kumara Behera et Varma, 2016a), définissent l'hydrolyse comme étant une réaction chimique par laquelle la décomposition de l'eau se produit pour former des cations H^+ et des anions OH^- . En revanche, la majorité des auteurs cités ci-dessus approuvent qu'il y a une réaction chimique et ou biochimique de fragmentation des grandes molécules insolubles (polymères) en plus petites molécules solubles (monomères) cette réaction est appelée "Hydrolyse". Les grandes molécules insolubles sont constituées de nombreuses petites molécules (des oligomères et des monomères) reliées par des liaisons chimiques. Les petites molécules sont solubles et se transforment rapidement en solution une fois que les liaisons chimiques sont rompues.

Les bactéries hydrolytiques ou anaérobies facultatives et les anaérobies qui sont capables d'effectuer l'hydrolyse réalisent la rupture de ces liaisons (Anukam et al., 2019). Certains polymères, tels que les carbohydrates non structuraux (L'amidon et les sucres simples), les protéines et les lipides, sont facilement dégradés par des microorganismes, c'est-à-dire

labiles, tandis que d'autres composés, tels que les carbohydrates structurels (lignine, cellulose et l'hémicellulose), sont résistants à la décomposition, c'est-à-dire récalcitrants, c'est la raison pour laquelle ces composants nécessitent une hydrolyse préalable (Megonigal et al., 2013). D'autres auteurs soulignent que les carbohydrates, les protéines et les lipides, doivent être hydrolysés en monomères dégradables avant la digestion anaérobie. L'importance de cette phase d'hydrolyse se manifeste par la difficulté d'entrer de ces complexes polymères dans une cellule bactérienne où ils peuvent être dégradés. Donc l'hydrolyse est la première étape requise pour l'utilisation microbienne de biopolymères complexes (Plant et al., 2019). Après l'hydrolyse, les monomères tels que le glucose et le fructose peuvent pénétrer dans une cellule bactérienne et se dégradent. En améliorant l'étape d'hydrolyse, la matière organique devient plus disponible pour les bactéries anaérobies, la digestion s'accélère et le volume du biogaz produit augmente (Donoso-Bravo et al., 2011)

II.3.2.1 Les principales réactions d'hydrolyse

Durant cette étape, les bactéries hydrolysent les polymères (carbohydrates, protéines et lipides) en monomères (monosaccharides, acides gras, acides aminés). Le processus est catalysé par des enzymes telles que la cellulase, la cellobiase et l'amylase pour les carbohydrates, la protéase pour les protéines et la lipase pour l'hydrolyse des lipides (Tezel et al., 2011). Ces enzymes permettant de rendre la matière organique (des biopolymères complexes) assimilable dans le métabolisme microbien en brisant les liaisons chimiques des biopolymères pour devenir sous forme des petites molécules telles que les sucres, les acides organiques complexes qui peuvent se absorber par la cellule bactérienne (Kleinstauber, 2019).

II.3.2.1.1 Les carbohydrates :

Ce sont des polysaccharides hydrolysés en sucres simples, des monomères qui les composent (glucose et cellobiose).

Selon la nature de la liaison glycosidique, les forces inter-moléculaires et la taille moléculaire, les polysaccharides se subdivisent en deux principaux groupes, polysaccharides structuraux (lignocellulose) et polysaccharides non structuraux (amidon) (Rodrigo, 2012). Ci-dessous la voie métabolique de ces polysaccharides.

Polysaccharides structuraux (lignocellulose) :

La matrice lignocellulosique se compose principalement de trois différents types de polymères, à savoir la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Ces trois polymères sont difficilement biodégradables et insolubles dans l'eau.

- La cellulose :

La cellulose est polymère liés par des liaisons β -1,4-glycosidiques, il est hydrolysée en cellobiose en première étape et convertit en glucose par la β -glucosidase dans les processus biochimiques ultérieurs (Szentner et al., 2019).

- Les hémicelluloses :

L'hémicellulose est un polymère amorphe, l'hydrolyse de ce dernier donne un mélange de sucres hémicellulés (mannose, galactose, glucose, xylose et arabinose) pour ensuite les fermenter en biogaz (Rahman et al., 2019).

- La lignine :

L'hydrolyse de la lignine produits des composés phénoliques et aromatiques qui sont considérés comme des substances toxiques pour les microorganismes méthanogènes (Monlau et al., 2013).

Les polysaccharides non structuraux – (amidon)

L'amidon est un polymère de glucose constitué de deux polysaccharides principaux à savoir l'amylose et l'amylopectine. Ces deux polymères représentent 98 à 99% de son poids sec, le reste est composé des lipides, de protéines, des pentosanes et de quelques minéraux (Castro et al., 2020). Il s'hydrolyse plus rapidement que les matériaux cellulosiques. Cependant certaines formes d'amidons sont insolubles et résistantes à la dégradation comme par exemple, le pain de blé (Rouez, 2008). L'hydrolyse de l'amidon s'effectué par trois amylases plus connues qui sont l' α -amylase, la β -amylase et la glucoamylase, il libère le glucose, les sirops riches en fructose ou le maltose (Kochan et al., 2020).

L'Eq. n° 01. résume l'hydrolyse des carbohydrates qui donne finalement le glucose (Munda et al., 2012) :



II.3.2.1.2 Les protéines

Les protéines sont hydrolysées par des enzymes extracellulaires comme les protéases, en polypeptides, Ammoniac et en acides aminés qui les composent. L'hydrolyse de ces derniers est plus lente que celle des glucides (Zhang et al., 2020) (Vidal et al., 2000).

II.3.2.1.3 Les lipides :

L'hydrolyse des lipides dans les conditions anaérobies s'effectue par un groupe de lipases. Les lipides sont hydrolysés en glycérol en acides gras à longue chaîne. Ces derniers

sont dégradés par la β -oxydation en acétate, en acides gras à courte chaîne, en H_2 et en bio-méthane (Salama et al., 2019)

II.3.3 Acidogénèse

Les produits de l'hydrolyse sont transformés par des bactéries identiques ou différentes aux métabolites intermédiaires. Cette étape métabolique est connue sous le nom d'acidogénèse (Sagor Kumar et al., 2019). L'acidogénèse est un processus métabolique dans lequel les composés organiques servent à la fois comme donneurs et accepteurs d'électrons (Gujer and Zehnder, 1983) (Megonigal et al., 2013).

La fermentation et l'acidogénèse se rapportent au même processus de conversion des sucres et des acides aminés en composés plus simples avec un petit poids moléculaire (principalement des acides et des alcools). Pour plus de détail les produits d'hydrolyse « monosaccharides, acides aminés et acides gras » sont transformés en acides gras volatils (propionique, butyrique, acétique), en alcools, en dioxyde de Carbone et en hydrogène par les bactéries acidogènes (Liebetrau et al., 2019). Des sous-produits tels que l'Ammoniac (NH_3) et le sulfure d'hydrogène (H_2S) sont également produits (Liu et al., 2011). Les principaux acides formés dans cette étape comprennent l'acide acétique (CH_3COOH), l'acide propionique (CH_3CH_2COOH), l'acide butyrique ($CH_3CH_2CH_2COOH$) et l'éthanol (CH_2H_5OH) (Lausund, 2014). Les résultats de certaines études démontrent que l'acide organique est transformé en acétate et en butyrate, fournissant des substrats idéaux pour la digestion anaérobie (Gu et al., 2018). Il est à noter que le butyrate est un produit final commun en acidogénèse (Siriwongrungronson et al., 2007).

II.3.3.1 La voie métabolique de chaque produit d'acidogénèse

II.3.3.1.1 Les sucres :

L'acidogénèse des sucres suit une voie de fermentation mixte entraînant la formation d'acides propioniques, butyriques, acétiques, d'éthanol, de butanol et d'hydrogène (Batstone et Jensen, 2011).

II.3.3.1.2 Les acides aminés :

Les acides aminés sont transformés en acides organiques par deux réactions biochimiques à savoir la transamination où les acides aminés réagissent avec l'acide α -cétoglutarique forment principalement des acides pyruvique et oxaloacétique, ainsi que la réaction de Stickland où les acides aminés sert de donneur ou accepteur d'électrons ce qui

entraîne la formation des acides organiques comme l'acide carboxylique (K.Wang et al., 2010).

II.3.3.1.3 Les acides gras à longue chaîne :

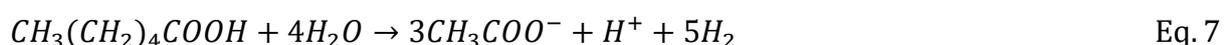
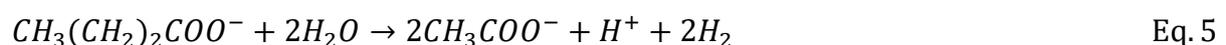
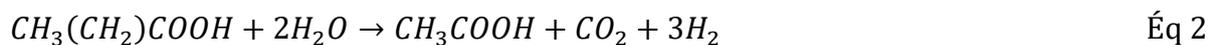
L'acidogénèse des acides gras à longue chaîne permis la transformation de ces derniers à des acides gras à courte chaîne avec la production des grandes quantités de dioxyde de Carbone et d'hydrogène. Le produit final qui génère plus d'énergie pour les bactéries acidogènes est l'acétate (Minteer, 2011). Cependant, la production d'acétate n'est possible que si la pression partielle d'hydrogène est suffisamment faible (10⁻³ atm) (Harper et Pohland, 1986) in (Monson et al., 2007). Avec des niveaux élevés d'hydrogène, la production d'acide propionique prédomine à des valeurs de pH neutres, car les propionibactéries ne sont pas affectées par la pression partielle de l'hydrogène (Mccarty et Mosey, 1991). La présence d'une concentration en excès d'acides volatils peut causer des toxicités pour les bactéries méthanogènes, il peut être corrigé avec l'addition d'un composé alcalin.

II.3.4 Acétogénèse

La quatrième étape dans le processus de digestion anaérobie est l'acétogénèse. Cette dernière se base sur la synthèse de l'acétate, qui comprend la formation d'acétate par la réduction du CO₂ et la formation de l'acétate à partir d'acides organiques (Angelidaki et al., 2011). D'une autre façon, l'acétogénèse, est considérée comme une oxydation anaérobie des acides gras à longue chaîne (AGV-LC) et à courte chaîne (AGV) (Alvarez, 2003).

II.3.4.1 Formation d'acide acétique, de dioxyde de Carbone et d'hydrogène

Plusieurs auteurs citent que les acides gras volatils (propionate, butyrate, valérate, etc.), les alcools (comme l'éthanol) ainsi que d'autres molécules organiques produites dans l'étape d'acidogénèse catabolisés en acide acétique, en dioxyde de Carbone et hydrogène par les bactéries acétogènes (Minteer, 2011) (Gerardi, 2003), selon les Eq.s n 02, 03, 04, 05, 06,07 et 08 décrite par (Deublein et Steinhauser, 2008).



Par ailleurs l'acétogénèse est une phase qui représente l'efficacité de la production de biogaz, car environ 70% de méthane produit vient de la réduction des acétates (Krzysztof Ziemiński, 2012). Le groupe des bactéries acétogènes est très diversifié et présentent une large gamme de capacités cataboliques, y compris l'utilisation de sucres, d'acides, d'alcools, de groupes méthoxyle aromatiques dérivés de lignine, de composés C₁ et C₂, de CO et d'halogénures de méthyle (Magonigal et al., 2013).

II.3.4.2 Formation d'hydrogène et d'acétate

Concernant les bactéries acétogènes syntrophiques ce sont des producteurs obligatoires d'Hydrogène. En revanche, la formation d'acétate par ce type des bactéries fonctionnent seules et n'est donc thermodynamiquement possible qu'avec une très faible pression partielle d'hydrogène (Deublein et Steinhauser, 2008). Ainsi, leurs énergie est dérivée de substrats et ne peuvent obtenir cette énergie nécessaire à leur survie et à leur croissance qu'à de très faible concentration d'Hydrogène (Wellinger et al., 2013). En conséquence, leurs survies dépendent donc de l'élimination de l'hydrogène soit par les bactéries méthanogènes consommant l'hydrogène, soit par les bactéries sulfato-réductrices (réduction des sulfates en sulfures). De ce fait, les bactéries *syntrophiques*, ont besoin d'être associées à une espèce qui consomme l'hydrogène pour se développer (Record, 2009). Inversement, il est à noter que les organismes méthanogènes ne peuvent survivre qu'avec une pression partielle plus élevée d'hydrogène. Ils éliminent constamment les produits du métabolisme des bactéries acétogène productrices obligées d'hydrogène et gardent ainsi la pression partielle d'hydrogène, à un faible niveau approprié pour ces bactéries. Lorsque la pression partielle d'hydrogène est faible, l'H₂, le CO₂ et l'acétate sont principalement formés par ce type de bactérie (Deublein et Steinhauser, 2008). Par conséquent, le H₂ doit être converti en méthane au même rythme que celui produit. Il en résulte un haut niveau de symbiose entre les acétogènes *syntrophiques* et les méthanogènes (Mortier et al., 2016). Une coopération symbiotique entre deux bactéries métaboliquement différentes qui dépendent l'une de l'autre pour la dégradation d'un substrat, généralement pour des raisons énergétiques (Magonigal et al., 2013).

Lorsque la pression partielle d'hydrogène est plus élevée, les acides butyrique, capronique, propionique et valérique et de l'éthanol sont principalement formés. La conversion anaérobie de ces produits s'effectue énergétiquement au détriment de la méthanogénie, où ceux-ci reçoivent en retour les substrats (H₂, CO₂, acide acétique) nécessaires à la croissance de la bactérie acétogène (Deublein et Steinhauser, 2008). En outre, des acétogènes ont été isolés étaient capables d'effectuer une acétogénèse inverse lorsque l'acétate est converti en CO₂ et H₂

(Zinder et Koch, 1984) in (Mégonigal et al., 2013).

II.3.4.3 Formation de l'acétate

Lorsque l'acétate est seul produit final réduit, les bactéries sont du type homoacétogènes. Pour produire de l'acétate, ces bactéries peuvent utiliser soit la réduction du CO_2 par H_2 soit un substrat carboné (des saccharides) (Moletta, 2002) (Liu et al., 2011), ces bactéries augmentent la concentration d'acide acétique et réduisent la pression partielle d'hydrogène dans le réacteur. Cependant, l'acide acétique produit par ces bactéries représente 1 à 4% dans les digesteurs mésophiles et 3-4% dans les digesteurs thermophiles (Liu et al., 2011).

Les homoacétogènes sont comme tous les autres anaérobies car ils ont besoin d'un accepteur terminal d'électrons autre que de l'oxygène. Le CO_2 sert à cette fin lorsque la voie acétyl CoA est engagée (Drake, 1994). L'acétyl CoA est un intermédiaire dans la formation de l'acétate et du butyrate à partir du pyruvate (Dijkstra et al., 2005). Les substrats organiques et les intermédiaires (propionate, butyrate) seront tous transformés en acétyl-CoA, et enfin en acétate, en H_2 et en CO_2 , et catalysées par l'acétate kinase (Schink 1997) in (Luo and Angelidaki, 2013). La voie de l'acétyl-CoA est responsable de la fixation anaérobie du CO_2 en obscurité dans les composés organiques, et la plupart des acétogènes peuvent utiliser cette voie pour réduire le CO_2 pendant l'oxydation du H_2 pour former l'acétate de façon autotrophique (Drake, 1994).

Par exemple, la voie acétyl-CoA est l'un des trois processus intégrés pendant l'utilisation du glucose. Les bactéries homoacétogéniques convertissent 1 mole de glucose en 3 moles d'acétate par voie de glycolyse et d'acétyl-CoA (Drake, 1994). Le catabolisme acétonique du glucose à l'acétate est théoriquement possible, suivi de sa dégradation par rapport au CH_4 et au CO_2 , soit une voie de dégradation majeure dans les milieux anaérobies, car il est très favorable thermodynamiquement (Mégonigal et al., 2013). Dans une réaction typique de fermentation d'acétate, le glucose est converti en deux moles d'acétate et deux moles de CO_2 . Le glucose est d'abord oxydé en pyruvate par glycolyse (boîte A). Le pyruvate est ensuite décarboxylé et oxydé en acétyl-CoA, qui est ensuite soumis à la phosphorylation et à la conversion en acétate par l'intermédiaire de l'acétate kinase (boîte B). Les procédés conceptualisés dans les boîtes A et B représentent collectivement 2 moles d'acétate par mole de glucose. Cependant, les acétomes peuvent réduire les deux molécules de CO_2 à l'acétate en donnant au total trois moles d'acétate. C'est-à-dire le CO_2 est ensuite utilisé comme évier terminal pour les huit équivalents réducteurs générés pendant la glycolyse et l'oxydation du pyruvate (boîte C). Ce dernier processus, celui de la boîte C, est la voie acétyl-CoA et est responsable de la formation de la troisième molécule d'acétate (Drake, 1994).

Par ailleurs, les bactéries homoacétogènes sont des experts dans l'utilisation et la transformation des composés en un Carbone. Par conséquent, certains homoacétogènes puissent utiliser le monoxyde de Carbone comme seule source d'énergie. Le monoxyde de Carbone est converti en acétate selon l'Eq. n°9 suivante (Drake, 1994):



(Zhang, 2011) ajoute que dans le cas où la pression d'hydrogène est élevée, les populations mises en jeu sont les homoacétogènes produisant principalement de l'acide propionique et de l'acide butyrique qui ne sont que très lentement dégradables en acide acétique. Dans ce contexte (Siriwongrungron et al., 2007) par des expériences isotopiques ont constatés que l'hydrogène produit à partir de la dégradation du butyrate réagit immédiatement avec du CO₂ pour former de l'acétate par homoacétogenie.

II.3.4.4 Formation des produits sulfureux

Les bactéries acétogènes sulfato-réductrices sont susceptibles de dégrader le lactate et l'éthanol, mais pas les acides gras et les composés aromatiques (Deublein et Steinhauser, 2008). La sulfato-réduction se produit toujours lorsque le sulfate est présent (Fedorovich et coll., 2003) au détriment de la production de méthane. Le sulfate joue le rôle d'un accepteur d'électron et consomme un certain nombre de molécules organiques produites par l'acidogenèse (en particulier les acides organiques comme l'acétate, le propionate ou le butyrate, ainsi que l'hydrogène). La réduction des sulfates conduit à la production d'ions sulfures HS⁻, de sulfures métalliques HSM (formant les précipités noirs responsables de la couleur caractéristique des milieux anaérobies), et d'hydrogène sulfuré H₂S qui n'est pas sans effet sur les procédés à différents niveaux. Il semble que la molécule d'H₂S agisse comme un composé toxique qui affecte l'ensemble de la chaîne trophique. Il contamine le biogaz. La présence d'H₂S dans le biogaz a des conséquences particulièrement néfastes sur les systèmes de valorisation (Record, 2009).

II.3.5 Méthanogénèse

La dernière étape de la digestion anaérobie est la méthanogénèse. Durant cette étape les *Archaeas* méthanogènes convertissent les composés de l'étape précédente en simple produit finaux principalement en CH₄ et CO₂ (Zhang, 2014). Le méthane est produit principalement par deux voies selon la description ci-dessous.

II.3.5.1 Principales voies de production du méthane

II.3.5.1.1 Le méthanogènes acétotrophes :

Il s'effectue par un type des *Archaeas* qui consomment l'acide acétique pour générer le méthane et le dioxyde de Carbone (Zhang, 2011) selon la réaction n°10 suivante,



D'autres auteurs citent la méthanogénèse acétotrophique suivre la voie acétoclastiques selon l'Eq. n° 11 (Fotidis et al., 2013) :



La méthanogénèse acétotrophique est responsable de 70 % de méthane produit dans les digesteurs (Record, 2009). aussi M. Gerardi (Gerardi, 2003) cite que l'acétate est le principal acide organique ou acide volatil utilisé comme substrat par les *Archaeas* qui forment le méthane. En revanche, ces *Archaeas* utilisent à la fois l'acétate comme un donneur et accepteur d'électron (Zhang, 2014). À des températures comprises entre 50° C et 65° C, la méthanogénèse acétique est favorisée par des concentrations élevées d'acétate (Batstone et al., 2014).

II.3.5.1.2 Le méthanogènes hydrogénotrophes :

Il s'effectue par un type de *Archaeas* qui utilisent les substrats carbonés sous sa forme bicarbonate HCO_3^- , elle est responsable sur la réduction du Carbone par l'hydrogène pour générer le méthane (Zhang, 2011) selon la réaction n°12 suivante :



Cette réaction représente l'élimination d'hydrogène par oxydation, ce qui conduit à la neutralisation du pH et traduit le rôle important des bicarbonates dans le processus anaérobie (Zhang, 2011). Quoique, cette réaction est peu favorable sur le plan thermodynamique elle peut entrer en compétition avec d'autres réactions lorsque les bactéries acétiogènes vivent en symbiose avec d'autres organismes non méthanogènes qui utilisent le H_2 telles que les sulfato-réductrices qui réduisent les sulfates par l'hydrogène pour générer le sulfure d'hydrogène (Deublein et Steinhauser, 2008) (Zhang, 2011) selon l'Eq. n° 13 ci-dessous :



Sous de faibles concentrations en acétate, les bactéries sulfato-réductrices obtiennent de l'hydrogène et de l'acétate plus facilement que les *Archaeas* méthanogènes. Sur des rapports substrat/sulfate inférieur à 2, les bactéries sulfato-réductrices éliminent les *Archaeas* méthanogènes pour obtenir de l'acétate. A des rapports substrat/sulfate entre 2 et 3, la compétition est très intense entre les deux groupes bactériens. Aux rapports substrat/sulfate

supérieur à 3, les *Archaeas* méthanogène sont favorisées (Gerardi, 2003).

En outre, les *Archaeas hydrogénotrophes* utilisent l'hydrogène comme un donneur d'électron et le CO₂ comme un accepteur d'électron selon la réaction de l'Eq. suivante n° 14 (Zhang, 2014). Ces *Archaeas* sont responsables presque à de 27 à 30 % du méthane produit (Deublein et Steinhauser, 2008) (Monson et al., 2007) :



La réactions (eq.14) est effectuée par des *Archaeas* qui oxydent l'acétate en association syntrophique avec des méthanogènes hydrogétrophes (Batstone et al., 2014). Les *Archaeas* méthanogènes hydrogénotrophes jouent aussi un rôle essentiel dans le système de transfert d'hydrogène, réduisant ainsi la pression partielle de l'hydrogène et augmentant l'énergie disponible pour les non-méthanogènes (Monson et al., 2007). La production de méthane est plus élevée par rapport à la réduction du dioxyde de Carbone, mais la concentration d'hydrogène est limitée dans les digesteurs ce qui rend la réaction d'acétate le principal producteur de méthane (Record, 2009).

II.3.5.2 Autres voies secondaires de production du méthane :

Le méthane est également formé à partir de certains composés organiques autres que l'acétate à travers la méthanogénèse méthylotrophique où les composés C1 méthyles comme (le formiate (l'acide méthanoïque), le méthanol, la méthylamine, le diméthylsulfure, etc.), sont transformés en méthane. Ces composés n'ayant qu'une contribution très secondaire et leurs transformations est limitée par des espèces de l'ordre *Methanosarcinales* qui appartient à l'ordre *Methanobacteriales* selon (Eq. n°15). (Zhang, 2011) (Angelidaki et al., 2011).



II.3.5.3 Rôle complémentaire des *Archaeas* méthanogènes

L'activité métabolique du stade méthanogène est protégée lorsque la "vitesse de travail" des bactéries productrices d'acide et des *Archaeas* formant le méthane sont à peu près semblables. Si le stade méthanogène est protégé, les acides sont décomposés et un milieu légèrement alcalin est obtenu à partir du processus global en raison de la formation d'Ammoniac (NH₃) à partir de groupes amines (-NH₂) qui sont libérés par la dégradation des protéines et des acides aminés. L'Ammoniac libéré dans les boues réagit souvent avec le dioxyde de Carbone et l'eau, ce qui entraîne la production de carbonate d'ammonium qui fournit de l'alcalinité au système selon l'Eq. 16. Le carbonate d'ammonium est disponible pour réagir avec les acides

volatils présents dans les boues. Cette réaction conduit à la production de sels d'acides volatils selon l'Eq. 17 (Gerardi, 2003).



* R représente la partie non carboxyle (-COOH) de l'acide volatil.

II.4 La microbiologie de processus de digestion anaérobie (DA).

L'activité bactérienne contrôlée joue un rôle essentiel dans la réduction de la teneur organique des boues et des déchets organiques solubles. Cette réduction est effectuée par le processus de digestion anaérobie grâce à l'activité bactérienne anaérobie. Ce processus est complexe et nécessite une série d'événements bactériens à travers laquelle la matière organique est dégradée par différents types de microorganismes qui convertissent les composés organiques en méthane comme mentionné dans la Figure 16 (Francisci et al., 2015). D'après (Angelidaki et al., 2011) trois groupes physiologiques majeurs de microorganismes sont responsables à la réalisation des étapes de ce processus, ce sont les bactéries primaire de fermentation (hydrolytique-acidogène), les bactéries anaérobies oxydant (syntrophique-acétogène), et les *Archaeas* méthanogènes .

Une analyse détaillée et approfondie a été menée par (Deublein et Steinhauser, 2008) traite les différents microorganismes responsables de la réalisation des étapes de méthanisation. Les travaux de (Wenzel, 2002) sur un total de 182 souches isolées au moins 58 espèces de 18 genres ont été identifiés à travers des analyses des ADNr 16S et cela durant la première et la deuxième phase (hydrolyse-acidogénèse) de dégradation. La majorité de ces bactéries étaient des représentants des genres *clostridium*, *Ruminococcus*, *Eubacterium* et *Bacteroides*. Concernant la troisième et la quatrième phase de la dégradation hydrolytique (acétogénèse et méthanogénèse), les bactéries du méthane sont majoritaires. Environ 81 espèces de 23 genres, 10 familles et 4 ordres ont été déterminés par (Deublein et Steinhauser, 2008). En outre, il est à noter que les staphylocoques, qui appartiennent au système écologique des bioréacteurs et qui est indirectement impliqué dans la dégradation peuvent entraîner des dangers pour la santé humaine.

Ci-dessous, une description détaillée de l'aspect microbiologique des étapes de digestion anaérobie et les microorganismes agissent à chaque étape ainsi que les corrélations entre eux en se basant sur les livres de base qui expliquent la microbiologie du processus de DA.

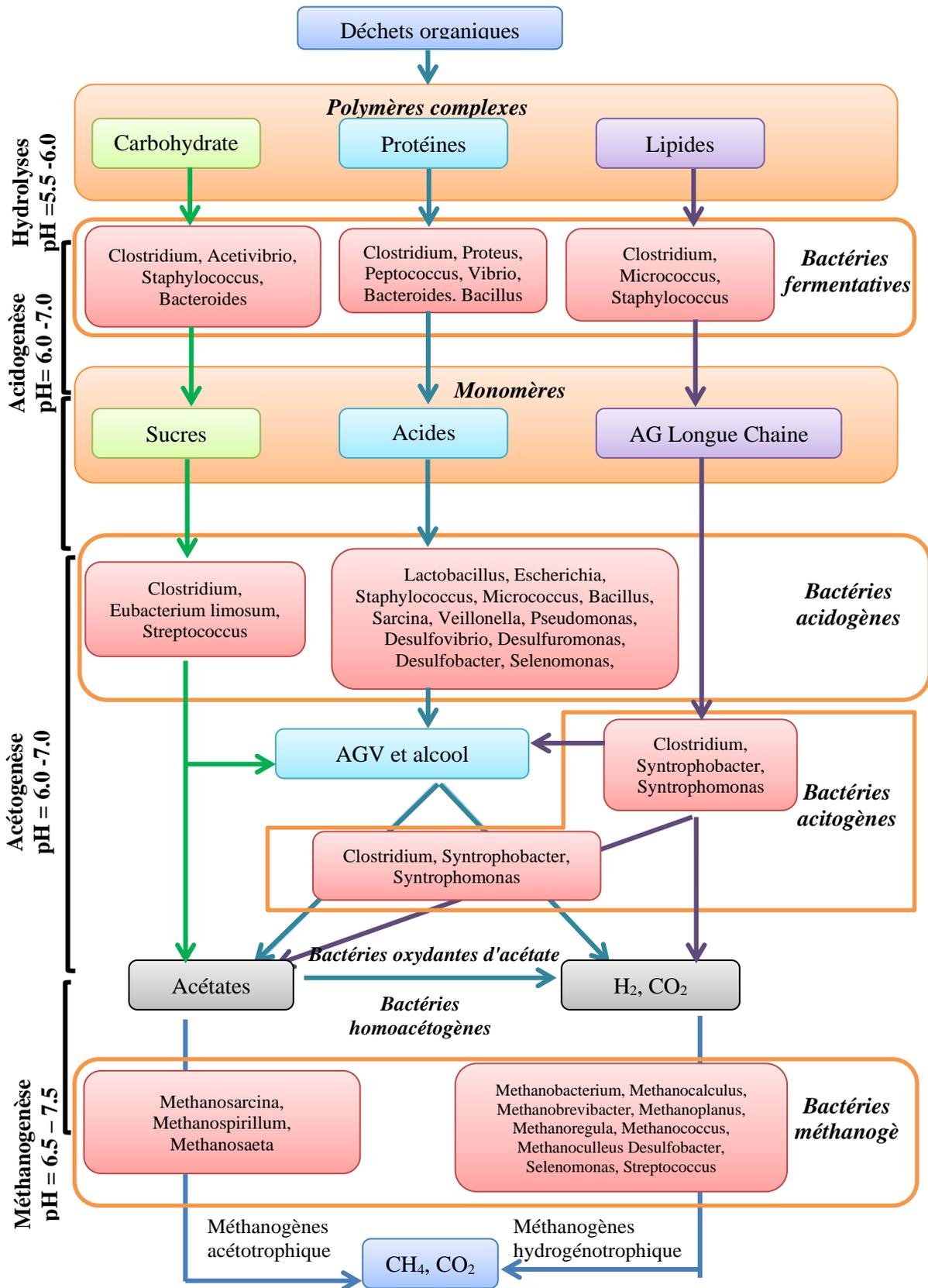


Figure 16: Étapes de production de biogaz et micro-organismes impliqués. Source (Kumar et al., 2019)

II.4.1 L'étape de désintégration

La désintégration est un processus physique, il progresse par cisaillement mécanique ou autolyse

II.4.2 La microbiologie de l'étape d'hydrolyse

Selon Gerardi (Gerardi, 2003) les bactéries hydrolytiques, les anaérobies facultatives et les anaérobies strictes sont capables d'exécuter l'hydrolyse et réalisent le bris de liaisons des grande molécules (Cellulose, sucrose etc...). Ces bactéries peuvent excréter les enzymes hydrolytiques (comme les lipases, les proteases, les cellulases etc...) pour hydrolyser les substances organiques macromoléculaires en petits produits moléculaires (Liu et al., 2011). à titre d'exemple l'espèce de *Bacillus amyloliquefaaciens*, produit de l'amylase pour convertir l'amidon en sucres solubles (Dart, 1996), tandis que les sucres tels que le glucose est fermenté par les *Lactobacillus* et les *Streptococcus* en pyruvate (Wang et al., 2010). Aussi le genre *Ruminococcus* fermente les sucres en acétate, en formiate, en succinate, en lactate, en éthanol, en H₂ et en CO₂ (Deublein et Steinhauser, 2008). En revanche les genres *Bacteroides*, *Clostridium*, et *Acetivibrio* sont responsable à l'hydrolyse de polysaccharides, les protéines sont dégradées par les genres *Clostridium*, *Peptostreptococcus* et *Bifidobacterium*, et les lipides sont dégradés aussi par le genre *clostridium* (Schunurer et Jarvis, 2009). Semblablement, plusieurs espèces de champignons appartenant aux genres *Aspergillus*, *Penicillium*, *Fusarium*, *Cladosporium* et *Trichoderma* peuvent être dégradé la cellulose et peuvent agir simultanément sur la pectine, ainsi que des graisses et des protéines présentes dans la décomposition des matières végétales, également la levure *Saccharomyces cerevisiae* peut causer la fermentation (Astrid et Robinson K., 1999).

Les bactéries de fermentation englobent celles de de l'hydrolyse et de l'acidogénèse, elles comprennent les bactéries chimiotrophes ; les bactéries chemoheterotrophes; et les bactéries photohétérotrophes qui couvrent plus de 50 espèces et 18 genres, tels que *Fusobacterium*, *Bacteroides*, et *Butyrivibrio*. Certains champignons et protozoaires jouent également le même rôle que la fermentation des bactéries (Liu et al., 2011). Dans le même contexte, certains chercheurs remarquent que les étapes d'hydrolyse et acidogènes peuvent être combinés dans les bactéries acidogènes anaérobies. Les bactéries acidogènes qui se trouvent couramment dans les digesteurs comprennent des espèces *Butyrivibrio*, *Propionibacterium*, *Clostridium*, *Bacteroides*, *Ruminococcus*, *Acetivibrio*, *Bifidobacterium*, *Eubacterium*, *Peptostreptococcus*, *Peptococcus*, *Selenomonas*, *Lactobacillus*, *Streptococcus*, et les membres de la famille des *Enterobacteriaceae*. Dans les boues d'épuration mésophiles, il y a

habituellement entre 10^8 et 10^9 bactéries par millilitre hydrolytiques (Borja, 2011).

II.4.3 La microbiologie de l'étape d'acidogénèse :

Les microorganismes dominants durant cette étape sont les bactéries, il a également signalé que de petites populations de protozoaires, de champignons et de levures ont eu participé à l'acidogénèse (Wang et al., 2010). Presque tous les microorganismes acidogènes participent également à l'hydrolyse. Les genres *Clostridium*, *Paenibacillus* et *Ruminococcus* apparaissent dans toutes les phases du processus de fermentation mais dominant en phase d'acidogénèse. Le deuxième groupe de microorganismes au cours des deux premières phases de la décomposition est le groupe *Cytophaga* - *Flavobacterium* - *Bacteroides* (Deublein et Steinhauser, 2008). L'éthanol est fermenté par les levures. Les microorganismes formant l'acide butyrique se sont du genre *Clostridium* tels que *Clostridium acetobutylicum*, et *Butyrivibrio*. En résumé, la population acidogène représente environ 90% de la population microbienne totale dans les digesteurs (Wang et al., 2010)

II.4.4 La microbiologie de l'étape d'acétogénèse

Ce groupe de bactéries métabolise les acides organiques C_3 ou supérieurs (propionate, butyrate, etc.), l'éthanol et certains composés aromatiques tels que le benzoate en acétate, H_2 et CO_2 (Liu et al., 2011). Par ailleurs les genres Acétogènes peuvent seulement survivre en symbiose avec les genres qui consomment l'hydrogène (Deublein et Steinhauser, 2008). Cela conduit à une condition thermodynamiquement favorable pour les bactéries acétogènes produisant de l'hydrogène pour décomposer les composés organiques susmentionnés en acétate, H_2 et CO_2 . Parmi les genre qui oxydent les acides organiques et les alcools en acétate il y a le genre *Desulfovibrio* (Liu et al., 2011). Plus précisément, l'éthanol est oxydé par les *Pelobacter aceylenicus* et les *Pelobacter carbinolicus* à l'acétyl-CoA et à l'acétate par l'intermédiaire de l'acétaldéhyde. En revanche, l'oxydation de l'acétaldéhyde en acétyl-CoA peut être couplée à la formation d'hydrogène via ferredoxine à une pression d'hydrogène suffisamment faible, ainsi que la formation d'hydrogène à partir de l'éthanol dans des extraits bruts de *Pelobacter aceylenicus* est stimulée par l'ATP. *Thermotoga maritima* fermente le glucose en acétate, CO_2 et H_2 via la voie Embden-Meyerhof (Hackstein et Steinbu, 2010)

Alors que les acides aminés sont fermentés par le genre *Aminobacteria* en acétate. Tandis que, le genre *Acidaminococcus* fermentent les acides aminés, les trans-aconitate et les citrates en acétate, en CO_2 et en H_2 (Deublein et Steinhauser, 2008). De même, l'*Eubacterium pectinii*, fermente la pectine stoechiométriquement en acétate (Drake, 1994). Les *syntrophobacter wolinii* et les *Syntrophobacter fumaroxidans* dégradent le propionate. Alors

que les *Syntrophomonas wolfei* dégradent le butyrate. Bien que les dégradateurs anaérobies de butyrate connus à ce jour appartiennent seulement à deux groupes de bactéries: le genre *Syntrophomonas* dans le phylum *Firmicutes* et le genre *Syntrophus* dans l'ordre *Syntrophobacterales* du phylum *Proteobacteria* (Hackstein et Steinbu, 2010) D'autres formateurs d'acide sont *Clostridium spp.*, *Peptococcus anerobus*, *Lactobacillus* et *Actinomyces* (Verma, 2002).

II.4.5 La microbiologie de l'étape de méthanogénèse :

La dernière phase de la décomposition anaérobie est dominée par un groupe spécial de microorganismes. Ce groupe se caractérise par une spécialisation physiologique élevée et une anaérobiose extrêmement stricte. Il appartient à l'embranchement *Euryarchaeota* d'*Archeobacteria*, du règne *Archées* (Deublein et Steinhauser, 2008). Actuellement, plus de 200 espèces dans 25 genres et 3 classes de méthanogènes ont été isolés et identifiés. Il y a des méthanogènes avec diverses morphologies comme les tiges, les cocos et les spirales dans les systèmes de DA (Liu et al., 2011). Aussi elles peuvent être détectées par son autofluorescence dans un microscope optique (Deublein et Steinhauser, 2008). Comme il est cité précédemment, le méthane est produit par trois groupes de bactéries méthanogènes de trois voies différentes. Le premier groupe (Acétotrophiques) est réalisé uniquement par deux genres de méthanogènes capables de pousser sur l'acétate comme source de Carbone et d'énergie mais ils fournissent peu d'énergie se sont les *Methanosarcina* et les *Methanosaeta*. Le deuxième groupe (hydrogénotrophiques) est effectué par de nombreuses espèces méthanogènes (genre *Methanobacterium*, *Methanococcus* et autres). Environ 73% des espèces méthanogènes consomment l'hydrogène (Megonigal et al., 2013). Comme ces bactéries dérivent à la fois leur énergie et leur Carbone cellulaire à partir de composés inorganiques, elles devraient être classées comme autotrophes. Un troisième groupe (méthylotrophique) est réalisé par un certain nombre de méthanogènes qui peut également se développer de façon autotrophique sur l'hydrogène + CO₂ est la disproportionation du formiate (Wang et al., 2010). Les *Methanomicrococcus blatticola* sont parmi les bactéries méthylotrophique, elles sont spécialisées dans la réduction du méthanol ou des méthylamines en méthane en dépendance obligatoire de l'hydrogène. Les affinités de substrat de *Methanomicrococcus blatticola* pour l'hydrogène et le méthanol sont plus élevées que celles d'autres méthanogènes méthylotrophes (*Methanosphaera stadtmanae*, *Methanosarcina barkeri*), (Hackstein et Steinbu, 2010).

II.5 Facteurs influençant la digestion anaérobie

La performance de ce processus complexe est affectée par plusieurs facteurs, à savoir ; des facteurs environnementaux tels que la température et la pression d'hydrogène, le pH, l'apport en nutriments et les toxines ; des facteurs de charge de processus tels que le temps de rétention des solides TRS, le taux de charge organique volumétrique et le taux de charge hydraulique total ; les facteurs opérationnels tels que le mélange, le chauffage et les caractéristiques des déchets traités.

II.5.1 Facteurs physiques

II.5.1.1 La température

La température est un paramètre opérationnel clé pour les processus du DA. La décomposition de la matière organique dans les conditions aérobie dégage une énergie sous forme de chaleur, ce qui provoque le réchauffement du compost aéré. Alors qu'une très faible quantité d'énergie est libérée sous forme de chaleur au cours du processus anaérobie pour la production du biogaz sans oxygène (Digestion Anaérobie). Au lieu de cela, la majeure partie de l'énergie libérée par la respiration cellulaire se lie directement au produit final, qui est le méthane (Schunurer et Jarvis, 2009) . Par conséquent, ce produit sera riche en énergie, alors que le processus lui-même n'est pas chauffé de manière significative. Pour que les micro-organismes se développent mieux et forment ainsi beaucoup de biogaz, un apport de chaleur externe est nécessaire.

En effet, chaque espèce de bactérie a une plage de température de croissance. Une diminution, voire, une absence de développement de ces organismes peut engendrer avec une température supérieure ou inférieure à cette plage de croissance. Les producteurs de méthane (les bactéries méthanogènes) sont généralement plus sensibles à la température que les autres micro-organismes impliqués dans le processus (hydrolytique et acidogène). (Schnürer, 2016) signale que l'influence de la température est apparue fortement sur la structure de la communauté, la diversité microbienne, les voies de dégradation et le taux de dégradation.

Également (Zhang, 2011) rapporte que les variations fortes de température des effluents et les changements brusques de cette dernière peuvent entraîner des inhibitions de l'épuration anaérobie en créant un choc thermique. (Batstone et Jensen, 2011) démontrent aussi que les augmentations brusques des températures supérieures au maximums produisent une diminution rapide de l'activité microbienne. Pareillement, une augmentation de la désactivation des agents pathogènes est observée avec l'augmentation brusque de la température. Normalement, les élévations de température sont maintenues sous 2°C/jour. Selon les mêmes auteurs, il existe

également un certain nombre d'impacts physico-chimiques de l'augmentation de la température comme la diminution de la solubilité des gaz, l'augmentation de la fraction de vapeur d'eau en phase gazeuse, l'augmentation de la concentration de l'Ammoniac libre et l'augmentation de la viscosité du liquide modifient l'énergie nécessaire pour pomper et mélanger le contenu du réacteur.

Généralement, dans les processus de production de biogaz, il existe trois plages de température, Psychrophile, Mésophile et Thermophile. Ces plages de température diffèrent d'un auteur à un autre. Le paragraphe qui suit discute chaque plage à part.

II.5.1.1.1 La digestion psychrophile

Les conditions psychrophiles sont généralement naturelles, basées sur des températures ambiantes et ne nécessitent pas d'interventions. (Gerardi, 2003) limite cette plage de température entre 5-25°C, selon lui, ce type de digestion se limite généralement à de petites unités de traitement, comme les fosses septiques et les lagunes à boues. La température des digesteurs est approximativement égale à celle de l'environnement extérieur et le processus ne nécessite pas un chauffage. Par conséquent, le taux de digestion des boues varie d'une saison à l'autre. En raison de la baisse de température des boues du digesteur, le temps de rétention des boues est généralement long, souvent supérieur à 12 semaines. (Zhang, 2011) cite dans sa thèse que le temps de croissance des bactéries méthanogènes est de 50 jours dans les conditions psychrophiles à 10°C. (Batstone et Jensen, 2011) montrent que cette plage est variée entre 10-30°C, alors que (Schnürer, 2016) restreint cette plage entre 15-25°C, quoique, (Wellinger et al., 2013) et (Stamatelatos et al., 2011) indiquent que cette plage concerne toutes les températures inférieures à 20°C.

(Gerardi, 2003) signale que la production de méthane dans ces conditions de température progresse très lentement, alors que la formation d'acide volatil continu à des températures plus basses à un rythme rapide, jusqu'à 21 ° C. (Stamatelatos et al., 2011) citent que les conditions psychrophiles des systèmes favorisant l'accumulation de biomasse sont nécessaires pour obtenir une efficacité élevée. Aussi, une autre possibilité consiste à introduire des enzymes stables, actives à basses températures, en utilisant le génie génétique afin de fournir des catalyseurs améliorés pour le processus de biométhanisation.

II.5.1.1.2 La digestion mésophile

Selon (Gerardi, 2003), la digestion anaérobie mésophile offre deux avantages pratiques par rapport à la digestion anaérobie psychrophile et thermophile. Premièrement, il y a plus de

microorganismes mésophiles anaérobies dans la nature que de psychophiles et de thermophiles. Deuxièmement, il est moins coûteux de maintenir les températures mésophiles dans les digesteurs que de maintenir les températures thermophiles. Il est le plus couramment utilisé dans les processus de traitement des eaux usées municipales et industrielles et la plupart des digesteurs anaérobies en Amérique du Nord fonctionnent dans la gamme mésophile. (Tezel et al., 2011) ajoute qu'une bonne destruction du SV (45 à 50%) avec de faibles concentrations en AGV et en DCO soluble est obtenus au niveau des digesteurs mésophiles. Également, une stabilité élevée dans le processus et un besoin en chaleur plus faible, généralement fourni par la conversion du biogaz généré in situ.

Parallèlement, (Monson et al., 2007) confirme que la digestion mésophile est considérée comme plus stable que la digestion thermophile. Les températures mésophiles favorisent beaucoup l'existence d'une plus grande diversité de bactéries résistante aux facteurs environnementaux ou aux variations de charge.

Elle est mentionnée aussi que cette plage de température varie entre 30 et 35°C (Gerardi, 2003). Alors que certains d'autre élargir cette plage de 30°C à 40 °C (Batstone et Jensen, 2011) et (Monson et al., 2007). Bien que (Hess, 2007) dans sa thèse mentionne une plage plus étendue de 20°C à 45°C. Cependant, (Wellinger et al., 2013) restreint cette plage entre 32°C et 42°C. pour la majorité de ces auteurs, la plage optimale de croissance méthanogène mésophile est de 33 à 37 ° C. Plus précisément pour certains auteurs, la température optimale utilisée généralement pour la plage mésophile est de 37°C (Muthudineshkumar et Anand, 2019) (Tatangelo, 2016) (Deublein et Steinhauser, 2008) (Hess, 2007). Si la température chute en dessous de la température optimale, les producteurs de méthane n'étant plus actifs, ils ne peuvent pas digérer tous les produits de fermentation formés. Ceux-ci s'accumulent donc rapidement, et les organismes de fermentation moins sensibles aux fluctuations de température continuent à produire divers acides gras et alcools ce qui entraîne une baisse du pH et une interruption du processus de digestion anaérobie (Gerardi, 2003) .

Le temps de rétention hydraulique pour la digestion mésophile des boues d'épuration varie entre 10-15 jours selon (Tezel et al., 2011). Alors que les déchets d'abattoirs, excréments humains et lisier sont fermentés pendant 30 jours dans les mêmes conditions mésophiles après désinfection à 70 ° C selon (Deublein et Steinhauser, 2008)

II.5.1.1.3 Digestion Thermophile

Selon (Gerardi, 2003), la production de méthane avec la gamme thermophile est généralement utilisée par les installations de traitement des eaux usées industrielles qui sont capables de chauffer les eaux usées ou les boues. D'après le même auteur, les bactéries formant du méthane ne supportent pas des températures comprises entre 40 °C et 50 °C, elles sont inhibées, ainsi que des perturbations de performance du digesteur peuvent être enregistrées aux alentours de 42 °C, ce qui représente la transition des organismes mésophiles aux organismes thermophiles. La plage de température thermophile comprise entre 50°C et 60°C. La température optimale peut varier en fonction de la composition des déchets et le type de digesteur. Mais généralement les digesteurs thermophiles utilisent 55°C comme une température optimale (Monson et al., 2007). Le fait de fonctionner à une température plus élevée (thermophile) augmente le rendement en méthane spécifique d'un substrat donné, ce qui donne un taux de génération de méthane dans les systèmes thermophiles peut être plus élevé que dans les systèmes mésophiles, ce qui ne peut être déterminé qu'en cas par cas, par exemple dans des études de BMP à deux températures avec des inoculum acclimatés (Wellinger et al., 2013). Une solution souvent employée est la combinaison d'une première étape thermophile pour accélérer la conversion de la matière organique en acides, suivit d'une étape mésophile (Hess, 2007).

Selon (Monson et al., 2007), les avantages majeurs de digestion thermophile peuvent être représentés par un taux de réaction plus rapides ce qui donne un temps de rétention des déchets plus court, une charge organique plus élevée, et une réduction importante des agents pathogènes en raison des températures plus élevées, et donc un résultat plus désinfecté. (Deublein et Steinhauser, 2008) ajoutent que l'oxygène est moins soluble dans la plage thermophile, de sorte que les conditions optimales de fonctionnement anaérobie sont atteintes plus rapidement. Contrairement, le coût élevé de construction et le besoin d'énergie supplémentaire pour maintenir la température de fonctionnement plus élevée restent les inconvénients majeurs des systèmes thermophiles (Monson et al., 2007).

II.5.1.2 La pression d'hydrogène

La production de méthane durant le processus de digestion anaérobie dépend de la pression à l'intérieur du digesteur. Selon (Gerardi, 2003), si l'hydrogène s'accumule à l'intérieur du digesteur et qu'une pression d'hydrogène importante produite, une cessation de l'activité des bactéries formant l'acétate entraînant la perte de la production d'acétate. Cependant, l'hydrogène est nécessaire pour les bactéries productrices de méthane afin de produire le méthane et par conséquent une pression d'hydrogène significative ne se produit pas.

II.5.1.3 La pression atmosphérique

Les microorganismes sont divisés en deux groupes, à savoir, les microbes piézosensibles et les microbes piézophiles. Étant donné que la plupart des microbes présents dans les digesteurs anaérobies sont généralement sensibles à la pression atmosphérique ou piézosensibles, il en résulte que les taux de croissance de ces microbes ne sont guère réprimés par une pression pouvant atteindre 10 bars. Les microbes piézo-tolérants et piézophiles sont des bactéries capables de se reproduire et se multiplier, sous une pression pouvant atteindre 1 000 bars (Muthudineshkumar et Anand, 2019). Des travaux expérimentaux démontrent que la communauté bactérienne réductrice de sulfate organoclastique est piézophile, ainsi que les réductrices de sulfate couplée à la méthanotrophie (oxydation biologique du méthane en condition aérobie) ne sont pas fortement affectées par la pression atmosphérique (Vossmeier et al., 2012).

II.5.1.4 Le mélange et l'agitation

Le contenu du digesteur anaérobie nécessite un mixage. (Atelge et al., 2018) citent que la température et le pH sont équilibrés à l'aide de l'agitation. Il empêche aussi la stratification et le dépôt de solides et d'écumes dans le réacteur. De plus, le mélange répartit les nutriments, le substrat et les bactéries dans le digesteur. Dans ce sens (Deublein et Steinhauser, 2008) confirment que chaque micro-organisme doit être alimenté de manière homogène en nutriments et les produits du métabolisme doivent également être éliminés de manière homogène, ce qui peut être obtenu par l'agitation. Ainsi, ces deux mouvements peuvent être bloqués par une couche de H₂ autour du microorganisme, qui doit être détruite par l'agitation. (Gerardi, 2003) mentionne qu'une agitation lente et douce assure un contact spatial étroit nécessaire pour les activités métaboliques des bactéries formant de l'acétate et des bactéries formant du méthane. Cela est confirmé par (Deublein et Steinhauser, 2008) qui évoquent la haute sensibilité des micro-organismes au stress provoqué par une agitation trop forte qui peuvent conduire à la destruction de ces derniers.

Le mélange peut être divisé en trois types principaux, à savoir le cordage mécanique, le pompage et le système d'injection de gaz. Les mélangeurs mécaniques sont plus efficaces que les circulateurs des gaz. Ils se composent d'une hélice, d'un mélangeur à tige et d'un agitateur à palettes, mais ils sont souvent encrassés par les solides du digesteur qui peuvent causer l'usure de ses composants et conduisent à la consommation de plus de temps et d'argent pour les réparations. Un système de pompage mécanique prend le substrat dans un digesteur et le renvoie sous pression ce qui crée un flux à l'intérieur du réacteur. L'inconvénient du système comprend

un encrassement provoqué par des substrats. Un système d'injection de gaz injecte le biogaz acheté pour abaisser le niveau du réacteur avec la pression. Les bulles de gaz remontent dans le réacteur et créent un mélange (Atelge et al., 2018).

(Batstone et Jensen, 2011) ajoutent que le taux de charge maximal influe sur l'agitation, il dépend fortement des niveaux de solides pouvant être atteints. En raison de la viscosité et de l'échange de chaleur, la concentration maximale en solides dans le réacteur doit être environ 4% (concentration d'alimentation d'environ 8%). Cela est appliquée aux boues d'épuration, aux boues activées et à la digestion du fumier.

II.5.1.5 Le temps de rétention

Dans un digesteur anaérobie, il y a deux temps de rétention importants. Le temps de rétention hydraulique (TRH) et le temps de rétention des solides (TRS) (Gerardi, 2003). Le TRS est le temps moyen pendant lequel les solides (bactéries) sont dans le digesteur anaérobie. Le TRH est le moment où les eaux usées ou les boues sont dans le digesteur anaérobie. (Tasneem et al., 2012) expliquent que le terme « solides » est le terme couramment utilisé pour désigner les micro-organismes dans un digesteur. Ce n'est pas un terme précis car la plupart des aliments du digesteur contiennent des matières en suspension qui ne sont pas nécessairement constituées de biomasse vivante, donc, ces solides sont également présents avec les micro-organismes. De plus, c'est la teneur en « matières solides volatiles » de tout substrat qui participe à la digestion anaérobie (les matières organiques non volatiles ou « réfractaires » ne le font pas). (Gerardi, 2003) ajoute que les TRS typiques des digesteurs anaérobies sont supérieurs à 12 jours. Les temps de détentions inférieurs à 10 jours ne sont pas recommandés. Pendant les périodes de rétention inférieurs à 10 jours, il se produit une importante élimination des bactéries formant du méthane. Cela indique que TRS est le temps de rétention le plus important. Cependant, la majorité des auteurs dans la littérature considère que TRS est le même que le TRH. (Tasneem et al., 2012) ont souligné ceci. Le terme communément utilisé pour désigner le temps de rétention du substrat est « temps de rétention hydraulique ». Il s'agit du temps qu'une matière organique, assujetti à être dégradée en aérobiose, passe dans un digesteur à partir du moment où elle est entrée dans le digesteur jusqu'à sa sortie.

Les travaux de (Liu et al., 2012) sur les déchets de biomasse municipaux et des boues activées résiduelles, trouvent des résultats optimaux avec un temps de rétention hydraulique de 15 jours. Alors que (Aramrueang et al., 2016) obtenant un TRH de 25 jours comme un optimum pour la production du biogaz à partir de la *Spirulina platensis*. Quoique, (Muthudineshkumar et Anand, 2019) ajoutent que pour une digestion thermophile en une seule étape, les temps de

séjour sont habituellement plus courts et durent environ 14 jours, tandis que dans une digestion mésophile typique en deux étapes, le THS varie entre 15 et 40 jours. Donc le temps de rétention aussi, se varie selon le type de substrat et le type de digestion.

II.5.2 Facteurs chimiques

II.5.2.1 Le rapport inoculum/substrat

La discussion de TRH conduit à l'analyse du rapport inoculum/substrat. Par ce que les micro-organismes présents dans un digesteur ne peuvent consommer qu'une quantité limitée de nourriture chaque jour. Par conséquent, pour digérer une quantité donnée de substrat pendant une période donnée, il faut fournir un nombre adéquat de micro-organismes. Ces microorganismes sont appelés inoculum. L'inoculum fournit au système la population microbienne initiale, qui participera ensuite aux réactions constituant les processus de dégradation de la matière organique. Il contient également plusieurs macronutriments pouvant affecter positivement l'activité des enzymes et la production de biogaz (Pellera et Gidaracos, 2016).

Le rapport entre la quantité de substrat et la quantité de bactéries disponible pour consommer ce substrat est appelé « rapport Inoculum/Substrat » (I/S). Ce rapport est le facteur déterminant dans tous les processus de traitement biologique. Plusieurs études avaient pour objectif principal l'optimisation de ce paramètre et leurs résultats dépendaient en fait du substrat utilisé. Les études de (Boulangier et al., 2012) sur les déchets solides municipaux indiquent que le taux maximal de production de méthane et le temps de latence minimal sont atteints avec un rapport (I/S) de 2. Une défaillance du système est atteinte à des rapports I / S inférieurs à 0,12.

Les travaux de (Raposo et al., 2009) découvrent que le pH était toujours stable entre 7,1 à 7,6 au cours du processus de digestion anaérobie pour les ISR allant de 3,0 à 0,8 au cours de la digestion anaérobie des tourteaux de tournesol. Aussi, ils ont remarqué un phénomène d'inhibition par la concentration en substrat lorsque les ISR ont diminué de 3,0 à 0,5. Alors que les travaux de (Raposo et al., 2006) sur la digestion anaérobie de l'ensilage de maïs avec quatre rapports d'inoculum sur substrat différents (3, 2, 1,5 et 1), ont trouvé une faible variation de production de biogaz entre les différents rapports testés. La forte charge initiale de substrat de 15 g MO 1 (I/S = 1) donnait un taux de production de méthane spécifique maximal plus élevé. Les travaux de (Moset et al., 2015) sur la paille de blé et l'ensilage de maïs confirment les résultats précédents. La fourchette optimale du rapport I/S pour l'ensilage de maïs était de 1,0 et 1,5 ; cependant, une gamme I/S plus large peut être utilisée dans la paille de blé (0,5 et 2,5). Cela nous confirme aussi que le rapport optimum de I/S se varie selon le type de substrat. Il est

généralement entre 1 et 2.

II.5.2.2 La présence d'oxygène

Généralement, l'oxygène est considéré comme un facteur inhibiteur de la digestion anaérobie (AD). Cependant, des études démontrent que la performance de la DA pouvait être améliorée en introduisant des quantités limitées d'oxygène (ou d'air) directement dans le digesteur anaérobie ou au cours de l'étape de prétraitement. (Tatangelo, 2016) cite que les étapes d'hydrolyse et d'acétogénèse sont améliorées par la présence d'oxygène en concentration limitée, cela est permis de limiter l'accumulation des acides gras volatils. Dans le même sens, l'effet de la micro-aération et du type d'inoculum sur la biodégradation du substrat lignocellulosique a été étudiée par (Tsapekos et al., 2017), les résultats de cette étude démontrent que la charge en oxygène a eu le plus grand impact sur la biodégradabilité de la paille, parmi les variables examinées. Une augmentation importante de 9% en injectant 7,3 ml de O₂/g de MO, répartis en 2 impulsions, au cours d'une période de traitement légèrement plus courte (47 h). En revanche, une intensité de micro-aération de 10 ml d'O₂/g de MO a été identifiée comme le seuil critique au-dessus duquel la performance de l'AD était plus susceptible à l'instabilité.

Les travaux de (Botheju, 2011) qui comparent une multitude de catégories de déchets organiques, démontrent que la DA assistée par une aération partielle peut constituer une stratégie de traitement bénéfique pour le traitement simultané des déchets et la production d'énergie. (Fu et al., 2016) dans leurs travaux ils prouvent qu'avec une charge en air de 12,5 ml/L/Jour, une amélioration du rendement en méthane de 16,5% et 10,3% supérieurs à ceux de l'échantillon sous anaérobiose a été observé avec une efficacité d'élimination maximale de 54,3%. Une autre étude récente par (Loughrin et Lovanh, 2019) sur un digesteur d'une capacité de 133 L, démontre que l'aération à 200 et 800 ml / jour avait augmenté la production de biogaz de 14 et 73% par rapport à la digestion anaérobie, tandis que l'aération à 2 000 ml / jour a diminué la production de biogaz à 19%. Aussi, la qualité du biogaz produit était similaire dans tous les digesteurs, bien que le dioxyde de Carbone et le méthane étaient les plus bas lors du traitement à 2 000 ml / jour.

Tous ces travaux ont démontré que la DA peut être améliorée par l'ajout de faibles quantités d'aération sans nuire les microbes responsables de la production de méthane

II.5.2.3 La charge organique (le taux de dilution)

Une charge organique optimale est nécessaire pour un bon fonctionnement du digesteur. Il s'agit d'un paramètre important de contrôle de processus, en particulier lorsque la digestion est effectuée en mode continu. Si un matériau est trop dilué, les particules solides peuvent se déposer dans le digesteur et ne peuvent pas se dégrader correctement. Si le digesteur est trop chargé, il peut être difficile d'agiter et d'empêcher l'écoulement de gaz dans la partie supérieure du digesteur. D'autre part, une surcharge peut facilement entraîner une défaillance du système par une augmentation significative de la concentration en acides gras volatils, entraînant une chute brutale du pH (Tasneem et al., 2012). Le taux de la charge organique des digesteurs est généralement exprimé en termes de matière organique (MO), des taux de charge de (0,5 à 0,6 g MO/L/jour) sont typiques (Gerardi, 2003). Cependant, des taux de charge plus élevés peuvent être traités si des boues plus concentrées pouvaient être acheminées vers le digesteur. (Liu et al., 2012) effectuent une étude sur l'effet du taux de la charge organique sur la co-digestion anaérobie à l'échelle pilote de déchets de biomasse municipaux et de boues activées résiduelles en Chine. Les résultats de cette étude indiquent que le fonctionnement était stable avec des taux de charge organique de 1,2 à 8,0 g MO/L/j, et que le taux de production de méthane maximal de 2,94 L/L/j a été atteint à une charge organique de 8,0 g MO /L/ j.

Par ailleurs, les travaux de (Aramrueang et al., 2016) sur l'effets du taux de charge organique sur les performances et la stabilité de la digestion anaérobie de *Spirulina platensis* démontrent que le rendement en méthane a diminué avec l'augmentation du la charge organique au-delà de 2 gMO/L/jour. Le digesteur a bien fonctionné à une charge organique inférieur à cette valeur, auquel la digestion n'était pas limitée par des taux élevés d'Ammoniac ou une accumulation d'acides gras volatils. Un rendement maximal en méthane de 0,342 L/g MO a été produit lorsque le digesteur est exploité à une charge organique de 1,0 gMO/L/jour. Alors que les travaux de (Dalk et Ugurlu, 2015) sur la digestion de fumier de poulet à différentes charge organiques [1,9 g MO/ L/j et 4,7 g MO / L/j], indiquent que la production maximale en biogaz s'est établi à 554 ml / g de MO avec une charge organique de 2,2 g de MO / L/j. Donc généralement, les charges organiques se diffèrent selon le type de substrat traité, il est se varie entre (0.5–8 g MO/L/jour).

II.5.2.4 Le pH

Le pH est l'un des facteurs les plus importants du processus DA, qui affecte directement les performances du réacteur. L'état physico-chimique est le plus souvent exprimé par le pH ou le log négatif de la concentration en ions hydrogène. Le pH exprime le taux net des acides forts

et faibles présents dans le système, mais pas leurs concentrations ou forces individuelles (Batstone et Jensen, 2011). Selon (Wellinger et al., 2013) la mesure du pH est obligatoirement surveillée par tous les opérateurs d'installation de biogaz afin d'assurer un environnement approprié pour les consortiums de bactéries. (Gerardi, 2003) conclut que la plupart des bactéries anaérobies fonctionnent bien dans une plage de pH de 6,8 à 7,2, y compris les bactéries méthanogènes. Ainsi que les activités enzymatiques ou les performances des bactéries formant du méthane ne se produit pas en dessous de pH 6,2. (Borja, 2011) élargir la plage optimale de fonctionnement des digesteurs anaérobies jusqu'à un pH compris entre 6,6 et 7,8. Alors que (Liu et al., 2011) allèrent plus loin, jusqu'à des valeurs de pH entre 6 et 8. Ajoutant aussi que certains méthanogènes isolés continuent de bien fonctionner dans une plage de pH plus large allant de 5,5 à 9,5.

Cependant, les activités enzymatiques de celle des bactéries formant d'acide se produit au-dessus de pH 5,0, parce qu'au début de la digestion anaérobie le pH diminuera initialement avec la production d'acides volatils. Mais à des temps de rétention hydraulique supérieur à 5 jours, les bactéries formant du méthane commencent à consommer rapidement les acides volatils. Par conséquent l'alcalinité est produite, et le pH du digesteur augmente puis se stabilise. Il est à noter aussi que le pH d'un système anaérobie est considérablement affecté par la teneur en dioxyde de Carbone du biogaz, donc, il est nécessaire de vérifier le pH toute au long de l'expérience. Une diminution de l'alcalinité en dessous du niveau de fonctionnement normal a été utilisée comme indicateur de défaillance imminente (Gerardi, 2003). Pour assurer un pH presque neutre, une alcalinité élevée (2 000 à 4 000 mg/l de CaCO_3) est souvent nécessaire en raison de la teneur élevée en CO_2 dans les biogaz développés (30 à 50% de CO_2) (Zhang, 2014).

II.5.2.5 Le rapport Carbone Azote (C/N)

Le rapport C/N est un paramètre important pour la caractérisation de la matière première (substrat) avant la digestion anaérobie. (Gerardi, 2003) suggère en générale une valeur du rapport C/N d'au moins 25,1 pour une production de biogaz optimale. (Atelge et al., 2018) allèrent plus loin, ont proposé pour l'étape de l'hydrolyse un rapport C/N entre 16:1 et 45:1 et pour la méthanogénèse un rapport C/N entre 20/1 et 30/1. (Tasneem et al., 2012) expliquent pourquoi ces intervalles ont été choisi par la littérature. Ils rapportent que si le rapport C/N est trop élevé, les méthanogènes consomment rapidement de l'Azote pour répondre à leurs besoins en protéines pour la synthèse cellulaire et ne sont plus disponibles pour réagir sur la teneur en Carbone restante du matériau ce qui limite l'utilisation du Carbone, en conséquence, la

production de biogaz devient déprimée. Si le rapport C/N est trop bas, l'Azote est libéré et s'accumule sous forme d'Ammoniac, ce qui augmente le pH du matériau et commence à exercer un effet toxique sur les bactéries méthanogènes lorsqu'il dépasse des valeurs de pH 8,5. Pour cela il est conseillé pour maintenir un seuil du rapport C/N des digesteurs à des niveaux optimaux, de faire mélanger ou co-digérer les matériaux contenant un rapport C/N élevé avec celle des matériaux à faible rapport C/N. comme par exemple le mélange des matières végétales (la paille de riz, la sciure de bois etc...) qui contiennent un pourcentage élevé de Carbone (rapport C/N élevé); avec les boues ou les fumiers des animaux qui ont un rapport C/N faible d'environ 8.

Certains auteurs ajoutent des sources de nitrogène pour équilibrer ce rapport comme l'urée et le chlorure d'Ammoniac, etc. Dans les travaux de (Yao et al., 2013), pour compenser le manque d'Azote dans les résidus de transformation du peuplier ont ajouté le chlorure d'Ammoniac (NH_4Cl). Alors que (Zhang et al., 2015) ont ajouté l'urée à la paille de riz pour équilibrer ce rapport.

II.6 Prétraitements de la biomasse lignocellulosique pour améliorer la DA

La biomasse lignocellulosique représente une solution prometteuse en tant que matière première pour la production de biocarburants, compte tenu de leur abondance, disponibilité, rendement de production plus élevé, non comestibles et de leur faible coût. Parallèlement les biocarburants à base lignocellulosique attirent de plus en plus d'attention en raison de leur densité d'énergie élevée, de leur faible hygroscopicité et de leur caractère moins corrosif pour le transport, (Dutta et al., 2014). Ce sont des biocarburants qui nécessitent des équipements de production et de traitement les plus sophistiqués, des investissements plus importants par unité de production et des installations à plus grande échelle pour limiter et réduire les coûts d'investissement (Ali et al., 2019). Pour réduire les coûts de production, plusieurs défis liés à la conversion de la biomasse lignocellulosique en biocarburants doivent être évalués et résolus (Ciolacu, 2018).

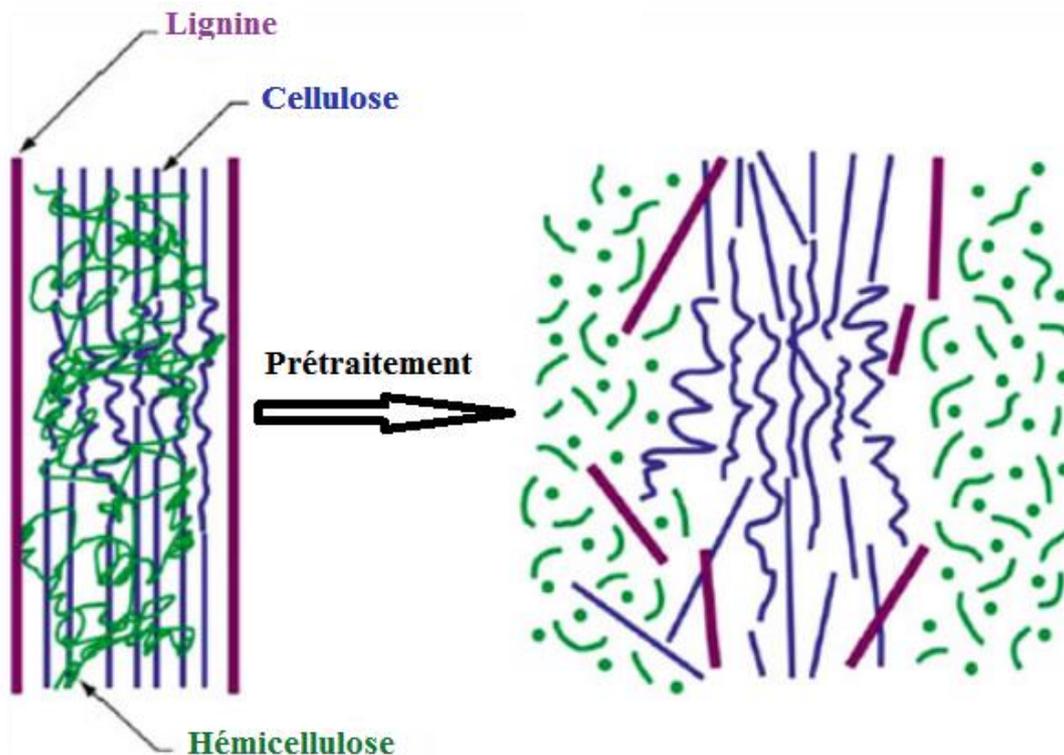


Figure 17: Vision schématique attendue de l'effet du prétraitement sur la biomasse lignocellulosique ; Source (Bajpai, 2016)

Parmi ces défis, ses caractéristiques récalcitrantes, sa cristallinité et polymérisation qui réduisent la surface accessible aux attaques microbiennes. Par conséquent, diverses méthodes de prétraitements ont été proposées pour augmenter la porosité des matériaux, éliminer la lignine et les hémicelluloses et réduire la cristallinité de la cellulose comme le montre la Figure 17 (Dalena et al., 2017).

Ce chapitre discute les différentes méthodes de prétraitement de la biomasse lignocellulosique pour l'amélioration de la digestion anaérobie et par conséquent le rendement en méthane. Il discute plus précisément les principales techniques de prétraitements utilisés dans la littérature comme les prétraitements physiques, chimiques et biologiques.

II.6.1 Les méthodes physiques

Ces méthodes comprennent le prétraitement mécanique (jet mécanique, homogénéisateur haute pression, et la boule mécanique moulin), prétraitement thermique et le prétraitement par les ultrasons.

Des problèmes tels que la faible dégradation du substrat, le faible rendement en méthane et des problèmes d'instabilité du procédé sont les étapes de limitation de la dégradation anaérobie. L'application d'un prétraitement physique peut augmenter la vitesse d'hydrolyse, par la suite, la biodégradabilité de substrats, et par conséquent le rendement en méthane (Tableau 4).

Tableau 4 : Effet des prétraitements physiques sur le rendement en méthane

Prétraitement physique	Matières premières	Conditions de prétraitement	Amélioration Du RM	Références
Mécanique	La paille de blé	0,212 mm	137%	(Paolo et al., 2020)
Mécanique	La paille de blé	2mm	26%	(Gallegos et al., 2017)
Hydrothermale	La paille de riz	200 (2min)	222%	(Chandra et al., 2012a)
Hydrothermale	La paille de riz	100°C (20min)	22,8%	(Luo et al., 2019)
Hydrothermale	La paille de blé	200 (10min)	20%	(Chandra et al., 2012b)
Ultrason	Sida hermaphrodita	25 kHz	175%	(Marta et al., 2020)
Ultrason	La paille de riz	35 kHz	21,95%	(Pansripong et al., 2019)
Ultrason	Déchets des légumes	20 kHz	57%	(Zeynali et al., 2017)

II.6.1.1 Le prétraitement mécanique

Le prétraitement mécanique par la réduction de la taille de substrat permet d'améliorer la digestion anaérobie et de rendre les composants biodégradables plus accessibles pour les micro-organismes. La technique de réduction de la taille augmente la densité apparente de la biomasse ce qui augmente l'accessibilité aux micro-organismes. Il diminue aussi la cristallinité de la cellulose pour les déchets lignocellulosiques, ce qui améliore la vitesse et l'efficacité de l'hydrolyse (Kang et al., 2019).

Le prétraitement mécanique emploie plusieurs stratégies pour désintégrer physiquement les cellules et solubiliser partiellement leur contenu. Certaines des techniques mécaniques qui ont été utilisées sont le broyage, le fraisage, le concassage et le hachage (Lindmark et al., 2012)

Dans le réacteur de broyage, les parois des cellules microbiennes sont hachées par cisaillement élevé. Dans les travaux de (Dumas et al., 2015) ont rapporté que le processus du

broyage à un effet positif sur la cinétique de biodégradation et par conséquent sur la cinétique de digestion anaérobie, il réduit le temps de rétention hydraulique mais n'améliore pas le rendement en méthane. Cependant (Lindmark et al., 2012) ont obtenu une amélioration de la production de méthane jusqu'à 59% lorsqu'ils ont appliqué un broyage à l'ensilage de récolte de ley. Dans le même contexte (Herrmann et al., 2012) et avec une taille des particules de 33 à 6 mm, une augmentation maximale du rendement en méthane de 11% à 13% a été obtenue. Egalement (Hajji et Rhachi, 2013) ont démontré une amélioration de rendement en biogaz jusqu'à 20% de plus avec une amélioration des performances de digestion lorsqu'ils ont appliqué un prétraitement de substrat par la réduction de la taille des particules à des tailles inférieures à 10 mm.

Contrairement, dans les travaux de (Zhang et Banks, 2013) qui ont étudié l'effet de la taille des particules sur la digestion anaérobie des fractions organiques des déchets solides municipaux. Les résultats indiquent un effet négatif de la granulométrie plus fine de substrat qui conduit à l'acidification du milieu et finalement à l'échec du processus. Cette granulométrie plus fine conduit aussi à la forte formation de mousse dans les digesteurs continus et à l'arrêt du processus qui ne pouvait pas fonctionner au-dessus de 5 kg MO/m³/jour.

Finalement, la synthèse évoquée ci-dessus démontre que la taille fine des particules influe positivement sur la digestion anaérobie des déchets lignocellulosiques et des boues des stations d'épurations, alors qu'elle est négativement influencée sur la digestion anaérobie des déchets solides municipaux.

II.6.1.2 Le prétraitement hydrothermal

L'hydrolyse hydrothermale a été étudiée afin d'améliorer la digestion anaérobie de la biomasse lignocellulosiques, des boues d'épuration et des déchets solides municipaux. En raison de leur utilisation de «l'eau uniquement» comme milieu de prétraitement, le prétraitement hydrothermal est considéré comme un processus propre (Ahmad et al., 2018). Ce type de prétraitement il pourrait aussi améliorer la production en méthane par la déstabilisation efficace de la structure de la lignocellulose, il est aussi plus éco-énergétique que les prétraitements thermochimiques. Ils mentionnent aussi que ce type de prétraitement est effectué dans des plages de températures entre 90 à 260 ° C et que plusieurs facteurs contrôlent l'efficacité de ce dernier comme la température, la pression, le type de biomasse, le temps de séjour, et le rapport solide / liquide (Phuttaro et al., 2019).

Les résultats des études de (Song et al., 2019) sur le prétraitement hydrothermal de paille de maïs démontrent une amélioration de rendement en biogaz et en méthane de 16,26% et de

22,74% par rapport à celui non traité. Ajoutant (Eskicioglu et al., 2017) dans leurs travaux sur l'effet du prétraitement hydrothermal sur des diverses biomasses lignocellulosiques que ce type de prétraitement fourni des composés phénoliques et des furannes dans les hydrolysats prétraités avec des seuils inférieurs aux niveaux inhibiteurs pour la production de méthane. Dans le même contexte, les travaux de (Phuttaro et al., 2019) sur la biomasse lignocellulosiques prétraitée hydrothermiquement à 175 ° C donne une amélioration du rendement en méthane de 35% par rapport à la biomasse non traitée. Dans la même étude, une inhibition du processus est obtenue lorsque la température de prétraitement atteint 200°C causée par la production des furfurals et l'acidification rapide du digesteur. Également, les études de (Tahir et al., 2017) sur les déchets lignocellulosiques des régions arides comme les déchets des palmier dattier (*P. dactylifera* L.) démontrent que l'utilisation de prétraitement hydrothermal seul est suffisant pour l'exploitation de ce type de substrat pour la production du bioénergie.

Ce type de prétraitement est bénéfique et donne des bons résultats aussi avec d'autres types de substrats comme les boues de station d'épuration, il augmente leur teneur en solides. Les travaux de (Farhat et al., 2018) sur les effets du prétraitement sur la digestion anaérobie des boues d'épuration municipales et la production d'énergie démontrent une amélioration significative du rendement en méthane (50% –160%) avec une stabilité des déchets accompagné d'une augmentation de la production totale d'énergie de 30,9 kWh/tonne à 93,5 kWh/tonne.

Le prétraitement hydrothermal de la fraction organique des déchets solides municipaux dans les travaux de (Bhakta et al., 2020) a entraîné une amélioration de la production de biogaz de 39% plus une solubilisation plus élevée de la matière organique par rapport à la biomasse non traitée. Parallèlement, les travaux de (Dasgupta et Chandel, 2019) sur le même type de déchet montrent une amélioration du rendement en méthane et la biodégradabilité avec une réduction du temps de digestion

Toutefois, les inconvénients majeurs de prétraitement hydrothermal lorsqu'il dépasse les 180°C, il conduit à la réduction de la biodégradabilité en produisant soit des intermédiaires toxiques/inhibiteurs comme l'excès d'Ammoniac ou bien des matières organiques solubles récalcitrantes. Aussi l'augmentation du coût électrique qui est plus élevé par rapport au procédé mécanique (Mudhoo, 2012)

II.6.1.3 Les prétraitements ultrasoniques

Le prétraitement ultrasonique est une technologie de prétraitement physique, basée sur la production des ondes sonores, ces ondes ont une fréquence supérieure à la plage auditive normale des êtres humains (> 20 kHz), elles génèrent des basses pressions transformées en microbulles de cavitation qui contiennent essentiellement du liquide vaporisé et du gaz. Ces microbulles atteignant une taille instable après un balancement sous l'influence de la pression positive. Ce phénomène conduit à sa dilatation et à sa violent effondrement. L'effondrement des bulles dégage des températures et des pressions qui génèrent de puissantes forces de cisaillement hydromécaniques dans le liquide qui entoure les bulles (Khanal et al., 2007).

Le prétraitement des boues par les ultrasons à faible irradiation «des fréquences plus basses entre 20 et 40 kHz», améliorent la stabilisation des boues, et augmentent considérablement la solubilité d'Azote et la concentration initiale de la DCO soluble ce qui entraînent une amélioration et une augmentation de rendement en méthane durant la digestion anaérobie (Gogate et Kabadi, 2009). Dans ce contexte, une étude sur l'effet de prétraitement ultrasonique sur la digestion anaérobie des boues démontre que l'utilisation d'une fréquence ultrasonique faible de 20 kHz améliore les efficacités d'élimination de la demande chimique en oxygène (DCO) et les solides pendant la DA que les boues témoins (Kim et Lee, 2012).

Un autre travail sur les prétraitements des résidus organiques par ultrasons montre une amélioration de la solubilisation et de rendement en biogaz pour les matériaux à base de lignocellulosie alors que pour les substrats riches en protéines il y avait une diminution de production du biogaz (Cesaro et al., 2014).

Malgré les avantages du prétraitement ultrasoniques évoqués dans les travaux ci-dessus, comme l'amélioration considérable de la biodégradabilité anaérobie ainsi que la désintégration des boue et la réduction de TRH et par conséquence l'amélioration de rendement en biogaz sauf qu'il est à signalé qu'un excès d'irradiation par ultrasons inhibe la DA et diminue le rendement en biogaz (Kim et Lee, 2012). Certains auteurs constatent que ce type de prétraitement il n'est pas réalisable économiquement en raison de ses besoins énergétiques élevés (Şahinkaya et Sevimli, 2013).

II.6.2 Les méthodes chimiques

Le prétraitement chimique a pour but d'hydrolyser la paroi cellulaire et la membrane, ce qui augmente la solubilité de la matière organique contenue dans les cellules. Concernant la biomasse lignocellulosique, il élimine surtout la lignine et l'hémicellulose présente dans ce type de biomasse (Abraham et al., 2020a). Ce type de prétraitement utilise deux principales catégories reconnus alcalins et acides pour solubiliser ou décomposer les composés organiques complexes présents dans la biomasse ce qui engendre une augmentation du rendement en biométhane (Tableau 5).

Tableau 5: Effet des prétraitements chimiques sur le rendement en méthane

Prétraitement chimique	Matières premières	Conditions de prétraitement	Amélioration du RM	Références
NaOH	La paille de riz	2%NaOH	60%	(Junaid et al., 2019)
Ca(OH) ₂	La bagasse de la canne à sucre	8,5% Ca(OH) ₂ ; 180°C (20mn)	69%	(Mustafa et al., 2018a)
NaOH	La paille de riz	6% NaOH 35°(192h)	103%	(Dai et al., 2018)
NaOH	Cosse de riz	3N NaOH ; 100° (60min)	88,2%	(David et al., 2020)
NaOH	La paille de riz	3% NaOH 37°C (120h)	123%	(Chandra et al., 2012a)
NaOH	La paille de riz	6% NaOH ; 20° (30jours)	450,4%	(Guodong and Ronghou, 2011)
Ca(OH) ₂	La paille de riz	2% Ca(OH) ₂ ; 80° (6h)	24%	(Du et al., 2019)
NaOH	La paille de blé	4% NaOH 37°C (5jours)	111,6%	(Chandra et al., 2012b)
Acide acétique dilué	La paille de blé	2% (24h)	24,3%	(Peng et al., 2019)
H ₂ SO ₄	Salvinia molesta	4% H ₂ SO ₄ (T° ambiante) 2jours	81%	(Syaichurrozi et al., 2019a)
H ₂ SO ₄	Jacinthe d'eau	5% H ₂ SO ₄ , 60 min	131,45%	(Sarto et al., 2019)

II.6.2.1 Les prétraitements alcalins

Le prétraitement alcalin possède plusieurs avantages comme la délignification, l'augmentation de la porosité de la biomasse lignocellulosique et la diminution de leur degré de polymérisation (Abraham et al., 2020a). Il est considéré comme plus préférable à cause de leur effet postérieur qui permis l'amélioration des conditions de fonctionnement de la DA par l'empêchement de la baisse du pH. Plusieurs solutions alcalines à savoir NaOH, KOH, Ca(OH)₂ et NH₃ peuvent être impliquées dans la dégradation et la perturbation de la liaison des lignine et glucides et entraînant une modification de la structure (Raj et al., 2017). Il est cité que le prétraitement alcalin est plus efficace qu'un prétraitement acide. L'ordre d'efficacité dans la solubilisation des boues étant NaOH > KOH > Ca(OH)₂ (Khadaroo et al., 2019).

Une amélioration de la cinétique de DA accompagné d'une augmentation considérable de rendement en biogaz de l'ordre de 450,4% avec une diminution de TRH sont enregistrées

lors de la digestion de la paille de riz prétraitée par le NaOH avec une concentration de 6% dans les travaux de (Guodong et Ronghou, 2011). Une autre étude sur le même substrat (paille de riz) prétraitée avec 2% de NaOH donne une amélioration de rendement en méthane de 60% par rapport au témoin (Junaid et al., 2019)

Le prétraitement de la paille de blé avec du KOH à des différentes concentrations 1, 3, 6 et 9% donne une amélioration de rendement en méthane de 41% avec la concentration 6% par rapport à la paille de blé non traitée (Jaffar et al., 2016).

Une élimination efficace de la lignine avec une augmentation de la teneur en sucre fermentescible accompagné d'une augmentation de rendement en méthane de 36,7% est enregistrée lors du traitement de la paille de riz par le Ca(OH)_2 dans les travaux de (Gu et al., 2015). Un autre travail sur la bagasse de la canne à sucre démontre que le prétraitement avec le Ca(OH)_2 8,5 % donne un rendement en énergie de méthane net le plus élevé par rapport au témoin et le prétraitement combiné (hydrothermale et alcalin) (Mustafa et al., 2018b).

Une diminution de la lignine de la cellulose et des hémicelluloses a été observé lors du prétraitement de la paille de maïs par l'Ammoniac dans les travaux de (Yuan et al., 2014) avec une amélioration de rendement en biogaz de 26,7%. Ce type de prétraitement (NH_3 dilué) est considéré comme une source d'Azote qui peut être fournie pour améliorer la digestion anaérobie en régularisant le rapport Carbone-Azote (C/N) (Wang et al., 2019).

II.6.2.2 Le prétraitement par hydrolyse acide

Le prétraitement de la biomasse lignocellulosique par l'acide dilué est généralement utilisé pour la production de biocarburant de deuxième génération. Il est réalisé par l'immersion du substrat dans une solution d'acide dilué et ensuite le mélange est chauffé à des températures comprises entre 120 et 210 °C pendant un certain temps (de quelques minutes à une heure). Les acides les plus couramment utilisés pour le prétraitement sont le HCl et le H_2SO_4 .

Le prétraitement de la jacinthe d'eau par le H_2SO_4 de 5% v/v pendant 60 min améliore le rendement en biogaz jusqu'à 131,45% par rapport au substrat non traité (Sarto et al., 2019). Un autre substrat lignocellulosique (*salvinia molesta*) a été traité par la même solution (H_2SO_4) avec une concentration de 4% pendant deux jours donne une amélioration de rendement en biogaz de 81.78% par rapport au témoin (Syaichurrozi et al., 2019b)

En deuxième position l'acide chlorhydrique. Le prétraitement de la paille de riz avec des différentes concentrations de HCl (2, 4, 6 et 8%) pendant 8 jours démontre une augmentation de 3% de biogaz pour la concentration 2% par rapport au contrôle, tandis que les autres concentration entraînaient une diminution de production de biogaz (Dai et al., 2018).

Ces résultats démontrent que malgré l'amélioration de la biodégradabilité et par conséquent l'augmentation du rendement en biogaz, quoique, ce type de prétraitement produit parfois des composés inhibiteurs comme les furfurals qui peuvent gêner la digestion anaérobie. D'autre part le coût élevé à l'échelle industriel ainsi que la corrosion du matériel associé à ce dernier en raison du pH extrême et la nécessité d'une nouvelle neutralisation restent les principales contraintes limitant ce type de prétraitement.

II.6.3 Les méthodes biologiques

Le prétraitement biologique est basé sur des approches innovantes en utilisant des métabolites de micro-organismes afin de dégrader la structure lignocellulosique complexe (Tableau 6). La technique commence par l'inoculation des champignons, des bactéries, ou des consortiums mixtes dans le substrat lignocellulosique solide afin d'hydrolyser ce dernier pour générer des composés oligomères et monomères solubles qui sont ensuite convertis en acides gras volatils prêt à être consommés directement par les micro-organismes lors de la DA (Bharati et al., 2018).

Tableau 6: Effet des prétraitements biologiques sur le rendement en méthane

Prétraitement biologique	Matières premières	Conditions de prétraitement	Amélioration Du RM	Références
Enzymatique	La paille de riz	<i>Cellulase</i> 40 U/g TS	122%	(Dai et al., 2018)
Enzymatique	Microalgues Chlorella sp	<i>Cellulase</i> plus <i>pectinase</i> (E1) et <i>estérase</i> plus <i>protéase</i> (E2) 24h (50°C)	485%	(Ometto et al., 2014)
Enzymatique	Déchets solides municipaux	<i>Ea-amylase</i> , β - <i>glucosidase</i> et <i>CMCase</i> ;	255%	(Mlaik et al., 2019)
Liquide du rumen	La paille de riz	39° C pendant 120 h	82,6%	(Zhang et al., 2016)
Bactériologique	La paille de maïs	<i>Archaea (Methanosaeta)</i> ; 6 jours	62,85%	(Zhao et al., 2019)
Bactériologique	La paille de blé	<i>Clostridium thermocellum</i> ; quelques heures	34%	(Tsapekos et al., 2017)
Fongique	La paille de riz	<i>Pleurotus ostreatus fungus</i> , 30jours	165	(Mustafa et al., 2017)
Fongique	La paille de riz	<i>Pleurotus. ostreatus</i> (20jours) 75% humidité	120	(Mustafa et al., 2016)
Fongique	La paille de riz	<i>Trichoderma reesei</i> ; (20jours) 75% humidité	78,3	(Mustafa et al., 2016)

Pour les autres structures complexes comme les lipides et les polymères protéiques sont hydrolysés par les micro-organismes en molécules plus simples : acides gras à longue chaîne, acides aminés respectivement. La réaction d'hydrolyse affecte le processus de DA en aval, influençant la conversion de la biomasse en bio-méthane (Venturin et al., 2019). Certains auteurs

ajoutent la co-digestion comme une approche biologique traditionnelle pour améliorer la digestion anaérobie (Tabatabaei et al., 2020).

Le prétraitement biologique en générale ne nécessite pas beaucoup d'énergie et ne génèrent pas d'inhibiteurs par la suite, plus qu'il est respectueux de l'environnement mais il nécessite beaucoup de temps. Aussi il est affecté par des conditions physico-chimiques comme la taille des particules qui doivent être fines pour augmenter l'accessibilité aux micro-organismes, la température et le pH qui devront être adéquats aux types des micro-organismes (Tu et Hallett, 2019).

II.6.3.1 Prétraitement par champignon

Le prétraitement par les champignons est l'un des prétraitements biologiques qui peuvent contribuer à résoudre le problème de récalcitrance de la biomasse lignocellulosique par la sécrétion des enzymes ligninolytiques pour la dégradation de la lignine afin d'améliorer le rendement du biogaz ultérieurement.

Le prétraitement fongique (*Pleurotus ostreatus*) de la paille de riz (2mm) durant 30 jour permis d'éliminer 30,4 % de la lignine et augmentent le rendement en méthane jusqu'à 165% par rapport à la paille de riz non traité (Mustafa et al., 2017). Une autre étude sur l'agropyron elongatum avec un taux d'humidité de 65% prétraité par les champignons de la pourriture blanche (*Flammulina velutipes*) à 28 C° pendant 4 semaines, démontre une forte élimination de lignine et d'hémicellulose de 35,4% et 29,1% respectivement avec une amélioration de rendement en méthane de 134% par rapport à un échantillon non traité (Lalak et al., 2016). Parallèlement une autre étude qui utilise le prétraitement fongique pour un autre objet qui est la production des acides gras volatils à partir de la fermentation du digestat provient de l'usine de co-digestion de résidus agricoles comme les résidus de fruits et légumes gaspillés. Les résultats de cette étude confirment que le digestat prétraité par la pourriture blanche *P. sajorcaju* pendant 6 semaines donne un rendement maximal en AGV 1,24 fois supérieur à celui du substrat brut. Aussi il démontre que les souches fongiques sécrètent des enzymes ligninolytiques telles que la laccase et la peroxydase de manganèse qui favorisent la dégradation de la lignine à des différents degrés et endommagent la structure et augmentent la surface et la taille des pores du digestat solide (Fang et al., 2018).

Ces résultats suggèrent que le prétraitement fongique de la biomasse avant la DA pour la production de biogaz est une méthode efficace pour améliorer la biodégradabilité et l'élimination de la lignine et de l'hémicellulose et augmenter le rendement en AGV et par conséquence en biogaz.

II.6.3.2 Le prétraitement bactériologique

Le deuxième type de prétraitement biologique est le prétraitement bactériologique qui est basé généralement sur des bactéries hydrolytiques anaérobies. Ces dernières sont caractérisées par un taux de croissance plus élevé, une résistance aux conditions extrêmes avec un système de production multi-enzymatique sophistiqué qui produit une large gamme d'enzymes d'hydrolyses, y compris les glucanases, les hémicellulases et les chitinases. Ces bactéries appartiennent généralement aux embranchements Firmicutes (genre: *Clostridium*, *Ruminococcus*, *Caldicellulosiruptor*, *Caldanaerobacter*, *Butyrivibrio*, *Acetivibrio*, *Halocella* et *Eubacterium*), Bacteroidetes, Fibrobacter, Spirochaetes (*Spirochaeta*) et Thermotogaot (*genus*) (Tabatabaei et al., 2020).

Le prétraitement bactérien de la jacinthe d'eau par les *citrobacter werkmanii* VKVVG4 avec une dose optimale de 10^9 UFC / ml et un temps de 4 jours accélère la période de démarrage de digesteur et augmente la production accumulée en biogaz trois fois par rapport à la jacinthe d'eau non traitée (Bharati et al., 2018). Un autre travail sur le prétraitement de la microalgue *Chlorella vulgaris* par la bactérie (*Bacillus sps*) prouve que l'indice de stress de la biomasse algale prétraitée est plus élevé d'environ 18% contre 11,8% de celle de témoin (non prétraité) avec un rapport énergétique positif de 1,04 (Kavitha et al., 2017). Parallèlement, les déchets agricoles à savoir le fumier de bétail et la paille de blé sont prétraitée avec des bactéries hydrolytiques (*Clostridium thermocellum* et *Melioribacter roseus*). Les résultats obtenus ont montré que le substrat prétraité par *C. thermocellum* augmentait le rendement en méthane de 34% par rapport à celui non traité (Tsapekos et al., 2017). Dans le même contexte, le prétraitement biologique de la paille de maïs par un type d'*Archaea* (*Methanosaeta*) augmente la production en méthane jusqu'à 62,85 % par rapport à la paille de maïs non traité (Zhao et al., 2019).

Les résultats évoqués ci-dessus indiquent que le prétraitement bactériologique avec ses bonnes caractéristiques peut-être une méthode prometteuse pour améliorer la bio-dégradabilité de la biomasse lignocellulosique et augmenter la production en méthane.

II.6.3.3 Le prétraitement enzymatique

Le troisième type des prétraitements biologiques est celle du prétraitement enzymatique. L'effet ce type de prétraitement sur la biomasse lignocellulosique dépend du type d'enzymes ainsi que de la composition de la biomasse à traiter. L'enzyme la plus utilisée est la cellulase, elle est connue par sa grande capacité de dégrader la cellulose insoluble présente en majeure partie dans la biomasse lignocellulosique suivie par la β -glucosidase et de la xylanase (Koupaie et al., 2019). Par conséquent, les micro-organismes peuvent synthétiser et sécréter différentes enzymes comme par exemple, la lipase, l'amylase, la protéase et l'enzyme ligninolytique qui catalysent la dégradation de l'huile et de la graisse, des glucides, des protéines et de la lignine respectivement. Actuellement, et avec le développement technologique, plusieurs types de ces enzymes sont préparés à l'échelle industrielle et peuvent être commercialisés pour les utilisés comme des suppléments artificiels afin d'améliorer la biodégradation et l'hydrolyse en général dans les systèmes anaérobies. L'efficacité de la réaction enzymatique dépend généralement de plusieurs facteurs, parmi lesquels, le temps d'incubation, le pH, le dosage enzymatique, l'agitation, la température et la configuration du réacteur (Xiu et al., 2020).

Le prétraitement biologique de la fraction organique des déchets solides municipaux par un cocktail enzymatique (*Ea-amylase*, *β -glucosidase* et *CMCase*) a entraîné une variation de 40,6% des sucres réducteurs et une variation de 34,6% de la demande chimique soluble en oxygène avec une augmentation de rendement en méthane qui est passé de 189,2 ml/gMO à environ 672 ml/gMO soit une amélioration de 255% (Mlaik et al., 2019). Un autre type de substrat (microalgues *Chlorella sp.*) subit un prétraitement enzymatique mixte de *cellulase*, de *xynalase* et de *pectinase* afin d'améliorer la production du biodiésel et du méthane. Parallèlement, une augmentation de rendement final en méthane jusqu'à 485% a été obtenu lors de l'hydrolyse de l'algue *Scenedesmus obliquus* par voie enzymatique en utilisant un mélange des enzymes composé de *cellulase* plus *pectinase* (E1) et *estérase* plus *protéase* (E2) avec une amélioration de la DA (Ometto et al., 2014). Le prétraitement des boues biologiques par six types d'enzymes provient de deux sous-groupes d'enzymes à savoir les *protéases* et les *glucosidases* démontre que quatre types seulement donne une amélioration de la digestibilité anaérobie avec une augmentation maximale de 26% du rendement en biogaz (Bonilla et al., 2018)

Malgré les avantages de ce type de prétraitement, le cout élevé reste toujours le principal inconvénient.

II.6.3.4 La Co-digestion

La co-digestion est considérée comme une approche biologique traditionnelle qui attire l'attention de plusieurs chercheurs grâce à ses multiples avantages. La co-digestion des fumiers des animaux qui sont caractérisés par une capacité tampon élevée, une forte teneur en Azote et une grande variété de nutriments nécessaires pour les bactéries méthanogènes avec les déchets riches en Carbone comme les déchets lignocellulosiques peut résoudre plusieurs problèmes parmi lesquels la correction du rapport C/N, les concentrations de la macro et micronutriments et la capacité de mise en mémoire tampon (Creamer et al., 2010) (Moral et al., 2008) (Angelidaki et al., 2003). La co-digestion donne aussi la possibilité de fournir une large gamme des bactéries bénéfiques pour la DA comme c'est le cas de la co-digestion des eaux usées laitières avec les fumiers de bovins qui a produit une abondance significative de bactéries comme les *Bacteroidetes*, *Firmicutes* et *Synergistetes*. (Toumi et al., 2015). ;

Les résultats de certaines recherches étudiant la co-digestion de fumier avec un déchets biodégradables donnant de meilleurs rendement en augmentant la production de biogaz de 80 à 400% dans les usines de production de biogaz (Braun et al., 2003). En outre, de nombreuses études ont montré que la sensibilité du processus de digestion anaérobie aux changements environnementaux peut être améliorée en combinant plusieurs flux de déchets (Creamer et al., 2010) (Romano et Zhang, 2008) (Wu et al., 2010). Dans le même sens, une nette amélioration de la productivité du biogaz avec une stabilité du processus de digestion anaérobie a été enregistré lors de la co-digestion des déchets alimentaires avec les eaux usées de la porcherie dans les travaux de (Zhang et al., 2011). Ils ont trouvé que les déchets alimentaires contenaient un potentiel énergétique plus élevé et des concentrations d'oligo-éléments plus faibles que les eaux usées de la porcherie. Ils suggèrent alors que les oligo-éléments pourraient être la raison pour améliorer les performances de la co-digestion.

Pour résoudre les problèmes d'inhibition de composés toxiques, surtout pour les déchets désués contenant une plus faible concentration de sucres et une concentration élevée d'ions tels que le sodium et le potassium. Comme exemple dans les travaux de (Fang et al., 2011) et en raison de sa charge organique relativement élevée, la mélasse désuée MD constituerait un substrat intéressant pour les DA pour la production de biogaz. Cependant, sa concentration en ions élevées peut poser un problème d'inhibition pour le processus de digestion anaérobie. La dilution des déchets toxiques par la co-digestion avec du fumier animal est considéré comme une bonne solution, elle permet de fournir des quantités importantes en nutriments pour la croissance microbienne et joue un rôle dans la neutralisation du pH et de l'amélioration de la

capacité tampon. Il est prouvé aussi que la co-digestion offre des avantages économiques et environnementales causées par le partage des coûts par le traitement des flux de déchets multiples dans une seule installation (Dareioti et al., 2009).

II.7 Les produits de la méthanisation

La digestion anaérobie est la dégradation des déchets organiques par une succession de réactions biochimiques réalisées en conditions anaérobies sous l'intermédiaire des bactéries entraînant la production d'un biogaz composé majoritairement du méthane avec un pouvoir calorifique élevé et un sous-produit riche en nutriment utilisé comme amendement pour la fertilisation des sols agricoles qui est le digestat. Ce chapitre discute les produits de la méthanisation biogaz et digestat. Il commence par le biogaz, sa composition, sa purification avant son utilisation et sa valorisation énergétique. En deuxième étape, ce chapitre discute le sous-produit de méthanisation qui est le digestat et ses propriétés fertilisantes selon les normes internationales prises en considération sa teneur en matière organique, son pH, sa teneur en Azote, sa teneur en Carbone et le rapport Carbone/Azote, sa teneur en macro et en micronutriments. Le chapitre se termine par des recommandations de normalisation des métaux lourds.

II.7.1 Le biogaz

Le biogaz est le premier produit de méthanisation, est un mélange gazeux obtenu après la fermentation de la matière organique non valorisée. Par ailleurs, grâce à son pouvoir calorifique et sa contribution à la diminution des déchets nuisibles pour l'environnement, le biogaz est considéré comme une source d'énergie renouvelable prometteuse.

II.7.1.1 Composition du Biogaz

Le biogaz est composé de 50-75% de méthane, le reste étant principalement du dioxyde de Carbone entre 25-50% avec des traces d'autres gaz Tableau 7 (Akunna, 2019). Le seul gaz de valeur économique parmi ces composants est le méthane. Pour cela, le terme "biogaz" est un terme inexact et imprécis car le gaz qui est produit par décomposition aérobie (dioxyde de Carbone) est aussi "biogaz" en ce sens qu'il est aussi le résultat de la biodégradation tout comme les autres biogaz. Mais le mot "biogaz" est venu pour désigner exclusivement le mélange combustible $\text{CH}_4\text{-CO}_2$ généré par la décomposition anaérobie de la matière organique (Deublein et Steinhauser, 2008). Celui-ci soit inflammable à des taux de méthane supérieurs à 45 % (Boulinguez et Le cloirec, 2011).

Le biogaz est similaire au gaz naturel, mais le biogaz est une ressource renouvelable

produite comme cité ci-dessus, découvrit récemment à la fin du XIX^{ème} siècle, alors qu'il a fallu des millions d'années pour que le gaz naturel se développe (Record, 2009).

Tableau 7 : Composition typique du biogaz selon (Akunna, 2019)

Composant	Gamme typique (% volume)
Méthane (CH₄)	50-75
Dioxyde de carbone (CO₂)	25-50
Diazote (N₂)	0-10
Hydrogène (H₂)	0,01-5
Oxygène (O₂)	0,1-2
Vapeur d'eau (H₂O)	0-10
Ammonium (NH₃)	Moins de 1%
Sulfure d'hydrogène (H₂S)	0,01-3
Siloxanes	0-0,00002

Mais il faut noter qu'un mélange de CH₄ et de CO₂ n'est pas le seul gaz possible produit par la dégradation anaérobie de la matière organique. Le méthane est produit seulement si les bactéries méthanogènes sont impliquées dans la décomposition anaérobie. Dans des conditions différentes, et avec d'autres espèces de micro-organismes anaérobies, des gaz tels que l'hydrogène et l'hydrogène sulfuré peuvent être générés à la place du méthane (Tasneem et al., 2012) (Zhang, 2011). Cependant les bactéries méthanogènes se rencontrent très fréquemment dans la nature et dans la plupart des cas, la digestion anaérobie aboutit à la génération du mélange composé majoritairement du CH₄-CO₂, que l'on appelle communément «biogaz» (Tasneem et al., 2012).

Bien que le biogaz se compose principalement de méthane et de dioxyde de Carbone, il contient également plusieurs impuretés. Les impuretés se trouvent dans le biogaz brut pour différentes raisons. Certaines impuretés sont présentes dans le substrat qui est introduit dans le réacteur ; elles s'évaporent dans le digesteur et sont donc présentes dans le biogaz produit. La quantité qui s'évapore dépend de la volatilité du composé et de la température dans le digesteur. Des impuretés peuvent également se former lors de la digestion anaérobie. Des exemples de telles impuretés sont l'Ammoniac et l'hydrogène (Wellinger et al., 2013). Selon M. Gerardi 2003 (Gerardi, 2003) un bon nombre de ces impuretés sont malodorants. Parmi celles-ci, il y a des composés organiques et inorganiques. Les gaz organiques comprennent le méthane et les composés organiques volatils (COV) comme les acides gras volatils (AGV), les composés

soufrés volatils (CSV) et les composés azotés contenant de l'Azote qui est due à la dégradation des déchets protéiques. Les gaz inorganiques contenant l'Azote moléculaire (N_2) et le protoxyde d'Azote (N_2O) qui sont produits par respiration anoxique (dénitrification) dans le digesteur anaérobie et contenant aussi le sulfure d'hydrogène (H_2S) qui est le plus indésirable. Si le biogaz contient trop de sulfure d'hydrogène, le gaz peut endommager l'équipement du digesteur. La production excessive de sulfure d'hydrogène est due à l'excès des composés protéiques qui sont transférés dans le digesteur.

II.7.1.2 Les impuretés et leur impact sur l'utilisation de biogaz brut

II.7.1.2.1 Particules solides

Des particules solides (poussières, silices, etc...) sont susceptibles de se trouver dans le biogaz. Si celles-ci atteignent un moteur de valorisation ou une turbine à gaz, elles peuvent causer l'usure de l'équipement en raison de leurs propriétés abrasives (Record, 2009). Dans de nombreux cas, les particules forment les noyaux sur lesquels les gouttes d'eau se condensent.

II.7.1.2.2 La vapeur d'eau

Comme l'eau est toujours présente pendant la digestion anaérobie, une partie de celle-ci s'évapore dans le digesteur et est donc présente dans le biogaz produit. Le biogaz qui sort du digesteur est donc toujours saturé d'eau. Le contenu varie entre 1 et 5% en volume. La saturation de biogaz en dépend de la pression et de la température à l'intérieur du digesteur. L'eau dans le biogaz brut peut causer des problèmes et perturbe la performance de la valorisation énergétique. Il réagit avec les gaz acides comme le H_2S , le NH_3 et le CO_2 . Et par conséquent provoque la corrosion dans les pipelines en raison de la formation d'acide carbonique (Devia, 2013). D'autre part, l'accumulation d'eau liquide dans les points bas du réseau réduit l'espace disponible au passage du gaz, boucher les vannes, les raccords et entraîne des pertes de charges. De plus, la présence de deux phases – liquide et gazeuse provoque des oscillations de flux pouvant gêner le contrôle des opérations (Record, 2009). Donc il est indispensable de sécher le biogaz

II.7.1.2.3 Sulfure d'hydrogène

Une autre impureté commune dans le biogaz est le sulfure d'hydrogène. D'autres impuretés contenant du soufre peuvent également être présentes dans le biogaz brut, mais le sulfure d'hydrogène est le plus commun. La présence de ce dernier dans le biogaz provient de la réduction microbiologique des composés contenant du soufre (sulfates, peptides, acides aminés) et autres composés contenant du soufre (Kumara et Varma, 2016b). Les composés

soufrés sont largement responsables de l'odeur nauséabonde attribuée aux biogaz. Lors de l'utilisation du biogaz le sulfure d'hydrogène peut entraîner une corrosion car il forme de l'acide sulfurique en combinaison avec de l'eau. La combustion du biogaz contenant du sulfure d'hydrogène entraîne des émissions d'acide sulfurique lors de la combustion (Kennedy et al., 2015). Il est également important de noter que le sulfure d'hydrogène est hautement toxique et peut entraîner des risques graves pour la santé. Une exposition d'une demi-heure à une concentration de 0,05% en volume dans l'air est mortelle (Record, 2009).

II.7.1.2.4 Les composés organiques volatils

Les composés organiques volatils représentent les différents types des composés organiques existant à l'état de traces dans le biogaz. Le type de composés et leurs concentrations dépendent du substrat utilisé pour la production de biogaz. Des exemples de tels composés nous citons les alcanes, les aromatiques, les halogénés, les alcools, les carbonyles, les soufrés et les siloxanes. Ceux-ci peuvent pénaliser lourdement la valorisation des biogaz paradoxalement à leurs faibles concentrations massiques inférieures à 1 %. Soit une concentration totale d'environ $2\ 000\ \text{mg} \cdot \text{m}^3$ en raison du fait que certains de ces composés s'évaporent (Boulinguez et Le cloirec, 2011). Ces accumulations sont pénalisantes pour le bon fonctionnement des systèmes de conversion du biogaz en énergie. A titre d'exemple, quand le biogaz est brûlé pour produire de l'électricité les siloxanes se transforment en dioxyde de silicium (SiO_2) et formeront des dépôts indésirables sur l'équipement de combustion en contact avec le gaz brûlé (Achimi et al., 2011). Parallèlement, la combustion des composés halogénés forme, en présence d'eau, des acides corrosifs tels que l'acide chlorhydrique (HCl) ou l'acide fluorhydrique (HF) qui engendrent une dégradation prématurée de l'équipement par corrosion et une acidification des huiles de moteurs et/ou des fumées (Boulinguez et Le cloirec, 2011). Les hydrocarbures hydrogénés aussi peuvent provoquer une corrosion et une acidification lorsqu'ils sont brûlés, en raison de la formation d'acides (par exemple l'acide chlorhydrique) (Wellinger et al., 2013). Et finalement la combustion des organo-soufrés aboutit à la formation du dioxyde de soufre (SO_2), lequel, en présence d'eau produit les espèces corrosives que sont les acides sulfureux H_2SO_3 et sulfurique H_2SO_4 (Boulinguez et Le cloirec, 2011) :

II.7.1.2.5 Oxygène et Azote

Normalement, le biogaz contient un ratio d'azote et d'oxygène de 4: 1. Cependant, puisque le biogaz est formé dans des conditions anaérobies, ni l'oxygène ni l'azote ne sont pas généralement présents dans le biogaz. Quoique, lorsque la ventilation est activée pour éliminer

le sulfure d'hydrogène comme moyen de nettoyage du biogaz et si les conduites de gaz ne sont pas complètement étanches, le rapport 4/1 peut être modifié (Deublein et Steinhauser, 2008). En outre, l'Azote dans le biogaz brut peut ainsi être un signe de fuite d'air dans le digesteur. L'oxygène peut conduire à la formation de mélanges inflammables avec le méthane dans le biogaz et la teneur en oxygène doit donc être soigneusement contrôlée (Wellinger et al., 2013).

II.7.1.2.6 Ammoniac

L'Ammoniac est une impureté souvent présente dans le biogaz brut; il est formé dans le digesteur lors de l'hydrolyse de matériaux contenant des protéines, tels que les déchets animaux (fumier, déchets de bovins, déchets de volaille) et certains déchets industriels tels que les déchets alimentaires. Ces concentrations élevées d'Ammoniac dues à un taux d'hydrolyse élevé (Sung et Liu, 2003). Des niveaux élevés d'Ammoniac dans le digesteur peuvent entraîner une inhibition de la production de méthane dans le digesteur.

II.7.1.2.7 Le gaz carbonique CO₂

Mis à part le méthane, le dioxyde de Carbone est le principal composant du biogaz. Il est formé dans les différentes étapes et agit comme un accepteur d'électrons pour les bactéries productrices de méthane. La teneur de ce composant dans le biogaz est influencée par les la température est la pression. Plus la température est élevée pendant le processus de fermentation plus la concentration de CO₂ dissout dans l'eau est faible (augmentant le niveau de CO₂ dans la phase gazeuse). Une pression plus élevée entraîne une concentration plus élevée de CO₂ dissout dans l'eau (réduisant ainsi le niveau de CO₂ dans la phase gazeuse) (Gerardi, 2003).. Si une haute teneur en énergie volumétrique est importante (par exemple lorsque le gaz est utilisé comme carburant de véhicule ou injecté dans le réseau de gaz), dans ce cas-là, le dioxyde de Carbone est considéré comme une impureté qui doit être éliminée. Ce dernier va diminuer la teneur en énergie volumétrique dans le biogaz. La présence de CO₂ elle diminue la puissance du moteur, prend de la place dans les bouteilles de stockage et peut poser des problèmes de congélation aux vannes. Toute ou la plus grande partie du CO₂ doit donc être éliminée du biogaz brut pour le préparer à une utilisation comme carburant pour les véhicules et ceci avant la compression du gaz dans des bouteilles à hautes pressions, qui seront transportées par le véhicule (Marchaim et al., 1994a). Pour d'autres applications, telles que la production d'électricité et de la chaleur, cela ne pose généralement pas de problèmes.

II.7.1.3 Purification de biogaz

Avant la valorisation énergétique du biogaz, il y a des contraintes et des impuretés liées aux composés traces qui doivent être éliminées, en fonction de l'utilisation ultérieure du biogaz. Bien que les concentrations d'impuretés soient relativement faibles, elles peuvent avoir un effet négatif sur l'utilisation du biogaz comme cité ci-dessus. La purification du biogaz vise à augmenter les proportions de méthane pour améliorer les propriétés énergétiques du mélange gazeux. Dans l'étape de purification du biogaz, il y a les différents traitements (primaire, secondaire et tertiaire) qui consistent à éliminer les gouttelettes d'eau, la poussière, la boue, les traces de gaz toxiques et corrosifs et le gaz carbonique.

II.7.1.3.1 Traitements primaires

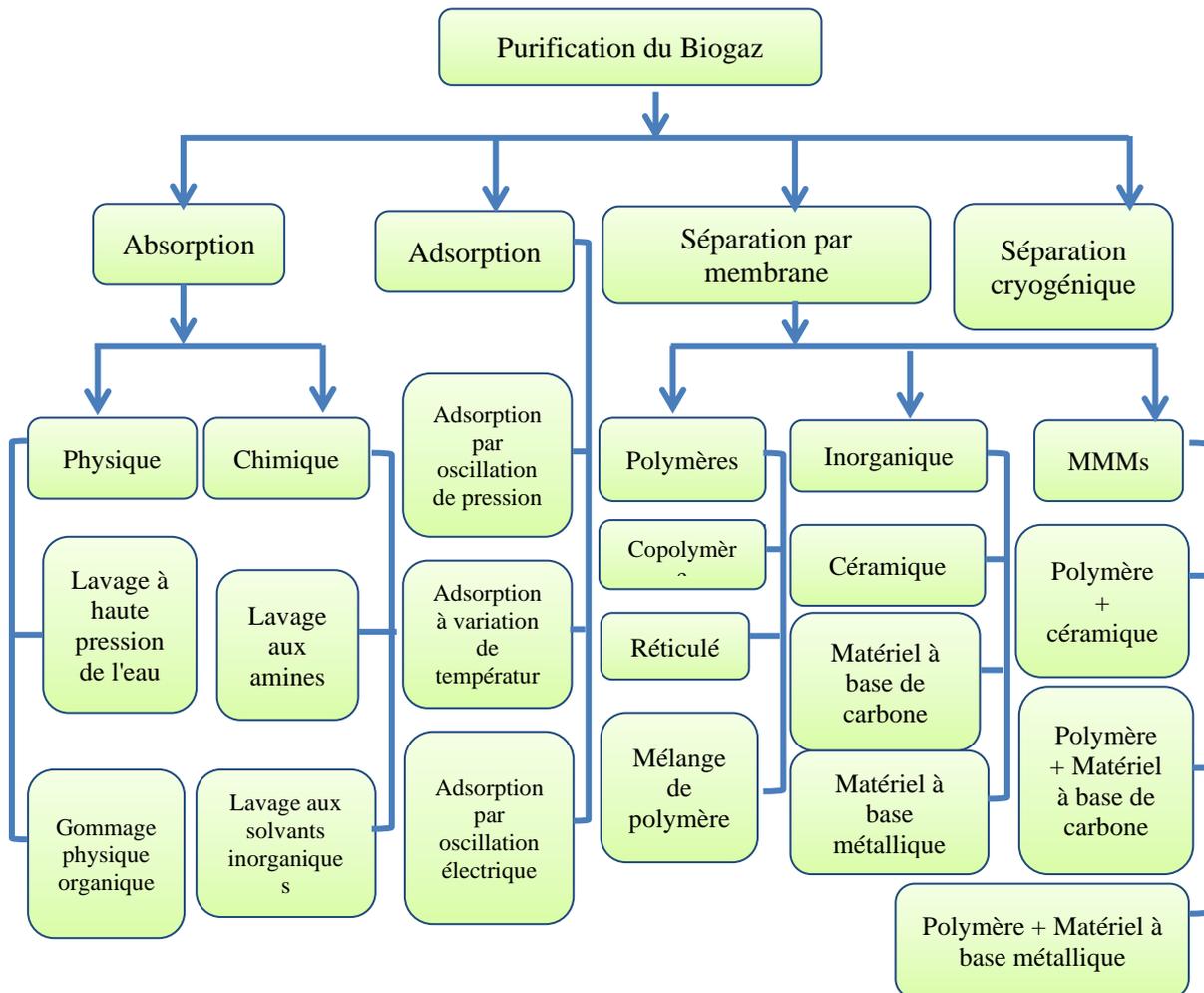
Les techniques de traitement primaire du biogaz consistent en de simples procédés physiques pour éliminer ou réduire l'humidité (la vapeur d'eau) et les poussières (les particules solides).

II.7.1.3.2 Traitements secondaires

Les procédés de traitement secondaire du biogaz comprennent des traitements physiques, chimiques et biologiques. Ce traitement consiste en des étapes de désulfuration, élimination des composés organiques volatils, élimination d'autres impuretés comme l'oxygène, l'Azote et l'Ammoniac.

II.7.1.3.3 Traitements tertiaires

Le traitement tertiaire du biogaz consiste en l'enrichissement du biogaz en méthane par l'élimination du dioxyde de Carbone. Ce type de traitement n'est nécessaire que si le biogaz doit être introduit dans le gaz naturel et/ou utilisé comme carburant pour les véhicules (Hess, 2007). Les six technologies les plus répandues pour ce type de traitement selon la littérature sont comme suit ; l'adsorption par variation de pression, l'absorption physique qui consiste au lavage par de l'eau ou bien par l'utilisation des solvants organiques, l'absorption chimique en utilisant des solvants organiques, la séparation membranaire à haute pression, l'amélioration cryogénique et l'enrichissement biologique du méthane comme illustré dans la Figure 18 (Ullah et al., 2017).



MMMs : Membranes à matrice mixte

Figure 18: Technologies de purification du biogaz, source (Ullah et al., 2017).

II.7.1.4 Valorisation énergétique du biogaz

La valorisation énergétique du biogaz est un sujet d'actualité largement étudié et discuté par la littérature. Son utilisation en tant que remplaçant du gaz naturel a attiré une attention significative ces dernières années. Le méthane est le seul composé du biogaz qui soit énergétiquement intéressant et le pouvoir calorifique du mélange dépend uniquement de la pression partielle en méthane, pour cela l'étape de purification du biogaz et l'enrichissement en méthane est primordiale. Le méthane peut servir à la production de la chaleur, de l'électricité ou les deux à la fois comme une co-génération. Il peut aussi être injecté dans les réseaux locaux de gaz naturel ou bien comme carburant pour les véhicules comme le montre la Figure 19.

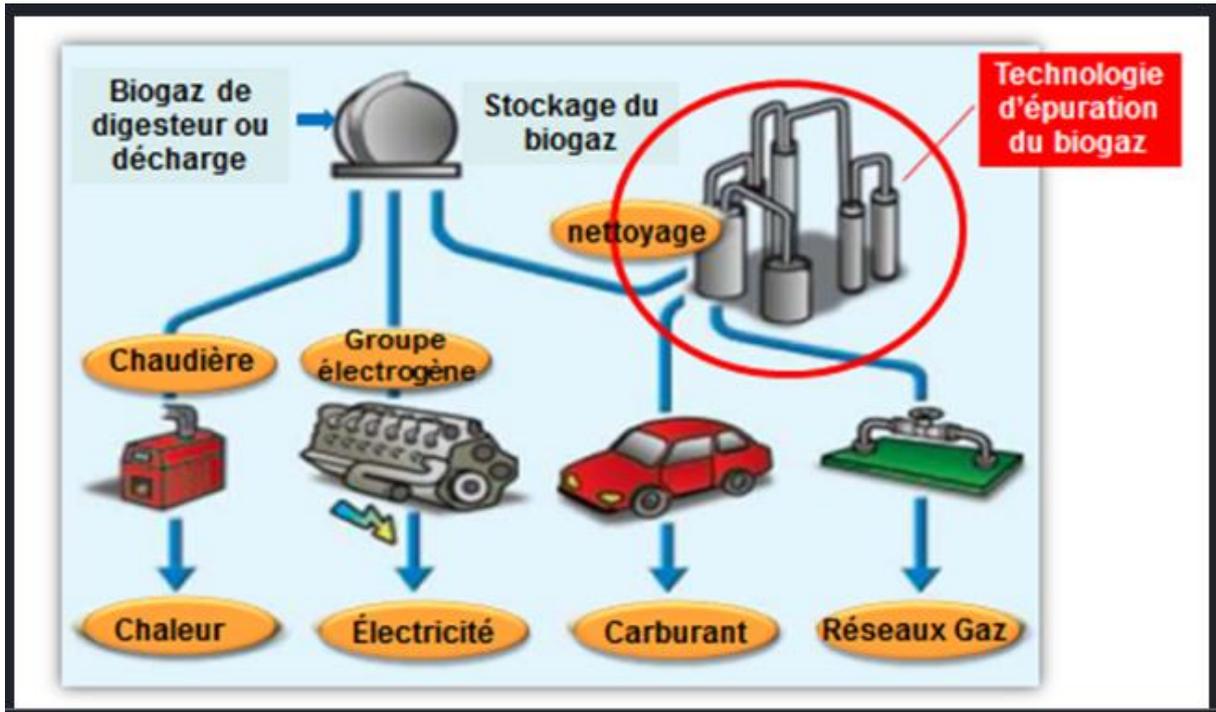


Figure 19 : Les différentes techniques de valorisation du biogaz, source ; <http://www.heracleantech.com/>

II.7.1.4.1 Production de chaleur (énergie thermique)

La combustion directe du biogaz pour produire de la chaleur est la solution la plus facile à mettre en œuvre et la moins exigeante en termes de qualité du biogaz (Hess, 2007). La chaleur de combustion du biogaz peut être convertie en énergie thermique utile généralement pour la production d'eau chaude, la cuisson, le chauffage des maisons et des installations à travers les chaudières et la production de froid par absorption etc....

II.7.1.4.2 Production d'électricité par le biogaz

Le biogaz peut être utilisé comme carburant pour la production d'électricité dans les moteurs, les turbines ou les micros turbines à gaz (gaz naturel ou propane) après modification. Les piles à combustible ont également utilisé le biogaz afin de produire l'électricité (Wellinger et al., 2013). Pour un méthane pur, le pouvoir calorifique est de $12,67 \text{ kWh/m}^3$ (Hess, 2007). Une autre étude démontre que le méthane pur a un pouvoir calorifique de 9100 kcal/m^3 à 15°C et sous une atmosphère, son pouvoir calorifique varie de 4800 à 6900 kcal/m^3 . En termes d'équivalence énergétique, $1,33$ à $1,87$ et $1,5$ à $2,1 \text{ m}^3$ de biogaz sont respectivement équivalents à un litre d'essence et de gas-oil. Le biogaz a approximativement une densité de $0,86$ (air = $1,0$) par rapport à l'air (Marchaim et al., 1994b).

II.7.1.4.3 Injection du biogaz plus précisément du bio-méthane dans les réseaux de gaz naturel

Ce mode de valorisation est assez exigeant car les caractéristiques du biogaz doivent être similaires à celles du gaz naturel ; il est donc nécessaire d'augmenter les proportions de méthane jusqu'à 97% (Hess, 2007). Le bio-méthane est un carburant souple et facilement stockable qui peut être utilisé partout où le gaz naturel est utilisé sans qu'il soit nécessaire de modifier les paramètres d'un équipement conçu pour utiliser du gaz naturel (Wellinger et al., 2013). Avant d'introduire le biogaz dans le réseau de gaz naturel, la densité, la pression, le soufre total, la teneur en oxygène et en humidité et l'indice de Wobbe doivent être ajustés (Deublein et Steinhauser, 2008).

La densité relative (d) d'un biogaz selon (Wellinger et al., 2013) est le résultat de la densité d'un gaz particulier (par exemple du gaz naturel) et de la densité de l'air sec à une température et une pression égales. Lorsqu'il est introduit dans un réseau de distribution à basse pression, le bio-méthane doit être comprimé à la pression cible dans le réseau de gaz qui est généralement aux environs de 9 bars. Le soufre total ne doit pas dépasser les 5 mg Nm⁻³ et la teneur en oxygène doit être inférieure à 0,5% en volume. Concernant l'humidité relative il ne faut pas qu'elle dépasse les 60% comme un taux maximal (Deublein et Steinhauser, 2008). L'indice de Wobbe est un indicateur de l'interchangeabilité des gaz combustibles et porte le nom de Goffredo Wobbe. L'indice de Wobbe (IW) est le quotient de la valeur calorifique et de la racine carrée de la densité relative. En fonction de la valeur calorifique sous-jacente, il existe des indices de Wobbe supérieurs ou inférieurs (Wellinger et al., 2013).

Avant d'alimenter le biogaz dans le réseau, il doit être odorisé. Parce que les usines d'odorisation sont très chères, elles ne sont installées que dans les grandes usines de biogaz. Pour l'alimentation en biogaz des petites usines, il est recommandé d'odoriser le flux principal de gaz naturel un peu plus en amont. L'odorisation peut être effectuée soit par injection des agents odorisants directement dans le courant de gaz naturel, soit par passage d'une partie du flux de gaz à travers un récipient dans lequel l'agent odorisant s'évapore (Deublein et Steinhauser, 2008).

II.7.2 Le digestat et ses propriétés fertilisantes -

La digestion anaérobie recycle la matière organique et les nutriments contenus dans les déchets en un sous-produit de la digestion, à savoir le digestat. La recherche d'un rendement énergétique optimal dans les installations de biogaz conduit à utiliser une large gamme de déchets organiques et de mélanges de différents déchets pour alimenter les digesteurs. Cela se

traduit par la production des digestats variant de manière continue qui ne sont pas encore complètement caractérisés (Tambone et al., 2010). Si les boues d'épuration digérées ont été largement étudiées, les digestats provenant d'autres déchets organiques tels que les biodéchets ou les déchets solides municipaux (DSM) ne sont pas encore bien connus (Martel, 2011a).

II.7.2.1 Définition

Le digestat est considéré comme un engrais organique potentiel à cause de sa richesse en nutriments entièrement fermenté, qui peut idéalement remplacer l'engrais inorganique (Tambone et al., 2010). Les caractéristiques agronomiques des digestats peuvent favoriser la croissance des plantes et les propriétés du sol après la fertilisation, mais des effets nocifs peuvent également survenir en raison de la qualité du digestat, par exemple le pH, la matière organique et la teneur en métaux lourds (Tampio et al., 2016a).

Les normes britanniques (BSI, PAS 110 2010) (BSI, 2010) ne spécifient aucune limite nutritionnelle pour les digestats, bien qu'un certain nombre de paramètres tels que la matière sèche, la matière organique, le pH, la teneur en sel, l'Azote total, P, K, Ca, Mg, S, NO_3^- , NH_4^+ , les micronutriments, Cl et Na doivent être déclarés. Il est à noter que plusieurs digestats anaérobies évalués dans la littérature sont conformes aux normes françaises (Nkoa, 2014).

II.7.2.2 Matière organique de digestat

La principale caractéristique d'un fertilisant organique est d'assurer l'ajout de la matière organique au sol. La teneur en OM est donc essentielle pour décrire une modification du sol. Des différents digestats ont été caractérisés dans la littérature selon leurs teneurs en matière organique. Les résultats démontrent la MO variée largement de presque 40 à plus de 85% de matière sèche, en fonction de la nature des déchets d'entrée (Martel, 2011a). Par ailleurs, la teneur en matière organique dans le digestat augmente l'équilibre du Carbone du sol, ce qui conduit à des processus microbiens améliorés et à une activité enzymatique, ce qui augmente encore la libération de nutriments à long terme dans les sols. En outre, la MO augmente la germination et la croissance des racines des plantes et la qualité du sol en augmentant l'équilibre de l'eau et la structure du sol. Ainsi, des quantités excessives de matière organique peuvent conduire à une fonction microbienne déséquilibrée et à une immobilisation azotée, aussi elle peut causer la phytotoxicité due aux acides organiques (Tampio et al., 2016b).

La stabilité de la matière organique du digestat est un paramètre clé pour son utilisation en agriculture. Elle évite des problèmes de gestion tels que la poursuite de la fermentation conduisant à des émissions odorantes. Elle limite également la décomposition dans le sol qui

peut conduire à l'immobilisation de l'Azote en fonction de la période d'utilisation au cours de l'année (Martel, 2011a).

La stabilité de la matière organique a été comparée entre 14 digestats post-traités et la relation entre la complexité de la matière organique et la biodégradabilité est mise en évidence. Les digestats traités proviennent de divers types de déchets, y compris les déchets agricoles, les boues d'une station d'épuration, les déchets solides municipaux, les déchets de traitement des aliments etc... Les post-traitements ont un effet significatif sur la biodégradabilité et la complexité de la matière organique de digestat. La biodégradabilité était faible pour les digestats compostés qui comprennent des molécules complexes à accès lent. Inversement, pour les fractions facilement accessibles qui comprenant des molécules plus simples sont caractérisées par une biodégradabilité très forte (Maynaud et al., 2017). La compréhension de l'effet du post-traitement sur la biodégradabilité des digestats doit permettre d'optimiser leur valorisation. La quantité de matière organique apportée au sol est une caractéristique majeure d'un amendement organique, mais la composition de cette matière organique est également pertinente.

II.7.2.3 Le pH du digestat

Le pH neutre favorise l'utilisation des digestats en agriculture, il peut réduire l'alcalinité des sols basiques et favoriser ainsi l'extraction du calcium et du magnésium par les cultures (Martel, 2011a). Tandis que l'utilisation de digestats alcalins pourrait augmenter la volatilisation du $\text{NH}_4\text{-N}$ du sol pendant l'épandage selon la température (Nkoa, 2014). Par ailleurs, les digestats acides peuvent diminuer le pH du sol et améliorer la mobilisation des métaux lourds dans les sols (Otabbong et al., 1997).

Selon la littérature, plusieurs chercheurs ont montrés que le pH des digestats est proche de la neutralité car il varie entre 6,7 et 8,5 (revue par (Martel, 2011a)).

Une étude sur cinq types de digestats des déchets urbains provenant de différents digesteurs, traitant des déchets alimentaires, une fraction organique de déchets solides organiques, un mélange de boues désactivées et de déchets végétaux montre que tous les digestats étaient neutres ou légèrement alcalins (pH 7.6 - 8,4) (Tampio et al., 2016b).

L'effet du pH du digestat sur le sol dépend aussi des caractéristiques du sol. dans une étude de fertilisation de 4 ans, le pH initial du sol de 5,4 n'a pas été affecté après l'application du digestat urbain à base de déchets ménagers de restaurants (Tampio et al., 2016b). Une autre étude sur l'incubation de fumier de porc traité en aérobie et en anaérobie pendant 2 mois dans le sol démontre que le sol avec un pH 7,8 mélangé avec du fumier traité à l'aérobie avec un pH

7,5 donne une faible valeur du pH initiale 7,1. Après 3 jours, une augmentation rapide jusqu'à une valeur de pH 7,5 a été mesurée. Malgré cela, une baisse du pH du 3^{ème} au 21^{ème} jour a été observée parallèlement au processus de nitrification. Une valeur de 7,2 est enregistrée Après le 21^{ème} jour. Contrairement, l'incorporation de fumier traité de façon anaérobie avec un (pH 7,3) dans le sol a donné le pH initial le plus élevé (7,5). Pendant la période initiale d'immobilisation de NH_4^+ , aucun changement de pH n'a été observé. Par la suite, la nitrification a provoqué une baisse constante du pH pour atteindre à la fin la valeur de 7,2(Bernal and Kirchmann, 1992).

II.7.2.4 Teneur en Azote (N) de digestat

Pendant la DA, la minéralisation de la matière organique a entraîné la transformation d'Azote (N) organique en Ammoniac, due par conséquence à une augmentation de la teneur en NH_3 dans le digestat (Tambone et al., 2010).

Souvent est rapporté que le N total est principalement conservé pendant le processus de digestion anaérobie. Cependant, Neuner et al. (2011) in (Möller, 2015) ont équilibré les entrées et les sorties de nutriments des digesteurs de biogaz et ont trouvé des pertes nettes de N de 18%. Les composés N organiques complexes sont minéralisés en NH_4^+ dans le digesteur. Une partie du NH_4^+ -N est utilisée par le microorganisme du digesteur pour leurs croissances (Möller et Müller, 2012). Aussi une autre partie du NH_4^+ se trouve sous forme des traces dans le flux de biogaz, mais expliquant seulement environ 10% de ces pertes; le reste des pertes devrait être attribué à d'autres raisons, par exemple la sédimentation partielle organique/inorganique ainsi la précipitation et la rétention subséquente dans les digesteurs (Möller, 2015). Certains auteurs trouvent que généralement que la fraction d'Azote (N) disponible pour les plantes est équivalente à la fraction de NH_4^+ -N dans le digestat. Simultanément, avec l'application du digestat sur le terrain, l'Azote organique du sol (Norg) s'accumule, améliorant ainsi la minéralisation de Norg du sol même après une seule application de digestat. La minéralisation nette de Norg au cours d'une période expérimentale de six mois était de 12% (Möller et Müller, 2012).

La faible teneur en Azote totale et surtout celle en NH_3 mesurée dans les composts étaient attendues, car le traitement aérobie a déterminé les pertes d'Ammoniac par décapage lors du compostage si le pH est élevé (Nkoa, 2014). D'autre part, la faible teneur en Azote totale et en Ammoniac dans la boue digérée était due au processus de séchage qui s'est produit à la fin du traitement des eaux usées, permettant à l'Ammoniac de se volatiliser (Tambone et al., 2010). Les résultats d'une étude sur la décomposition de fumier de porc traité de manière

aérobie et anaérobie démontrent que tout le NH_3 présent dans le fumier traité par voie aérobie était volatilisé, alors que seulement 28% s'est volatilisé du fumier frais et du fumier traité anaérobiquement (Bernal et Kirchmann, 1992).

La composition en Azote totale de plusieurs digestats de différentes sources a été examinée par (Martel, 2011a). Les résultats montrent que la teneur en Azote totale est plus variable selon le type de digestat, entre 50 et plus de 150 mg/kgMS. Ces données ont montré aussi que la majorité de l'Azote contenu dans les résidus de digestion est présent sous forme minérale car le N-NH_3 représente toujours plus de 50% de l'Azote total. La prédominance de l'Azote minéral pourrait réduire le potentiel de valorisation des digestats en amendement organique et améliorer leur utilisation comme engrais (Martel, 2011a). En revanche, une autre étude examine d'autres types de digestats solides montre une fraction d'Azote minéral plus faible (24-36% N total) par rapport à la fraction organique, ce qui suggère que ces digestats ont un potentiel de valorisation plus élevé en tant qu'amendement organique (Nkoa, 2014).

En ce qui concerne l'absorption d'Azote, le rapport entre l'Azote minéralisé et l'Azote total indique la disponibilité de l'Azote pour l'absorption des plantes (Martel, 2011a). Une étude sur l'absorption d'Azote par la culture fourragère dans les sols fertilisés avec du fumier de porc brut et traité (digérée) a montré que les sols amendés avec des digestats liquides de porcins donnent des résultats similaires à ceux amendés avec les engrais synthétiques inorganiques, mais les résultats étaient inférieurs avec les fumiers porcins liquides bruts, décantés et filtrés (Chantigny et al., 2007). Dans le même contexte, d'autres travaux démontrent que les digestats obtenus à partir de la co-digestion des boues animales et de l'ensilage de maïs ont une valeur relative d'engrais azoté supérieure de 30% à celle des boues de bovins et de porcs. (Nkoa, 2014)

II.7.2.5 Teneur en Carbone (C) de digestat

La digestion anaérobie signifie une transformation d'environ 20 à 95% du Carbone (C) de la charge en composés C gazeux, selon le type et la récalcitrance des charges. La digestion des fumiers et des résidus de récolte réduit les quantités de Carbone organique introduites dans le sol comparativement à l'incorporation directe dans le sol des matières premières non digérées (Möller, 2015). La teneur totale en Carbone des digestats varie entre 36 et 45% de la matière sèche (Möller et Müller, 2012). Les sols arables soumis à une gestion intensive tendent à perdre son Carbone, pour cela, des apports adéquats de matières organiques dans le sol sont importants pour maintenir la fertilité des sols arables (Möller, 2015). Les impacts potentiels de Carbone de digestat sur le sol et l'évaluation de son effet sur l'état nutritif du sol (minéralisation) et l'équilibre humique (modification des propriétés) ont été étudiés par la littérature.

Une étude sur le fumier de porc frais et traité en aérobie et en anaérobie pendant une incubation de 2 mois dans le sol. Les valeurs de minéralisation du Carbone indiquent qu'environ 23% du Carbone a été minéralisé dans les échantillons de fumier traités de manière aérobie. La proportion était plus grande pour le fumier frais (75%) et tout le fumier traité en anaérobie (105%) était minéralisé, ce qui indique que l'ajout de ce type de fumier au sol stimulait la décomposition de la matière organique du sol (Bernal and Kirchmann, 1992). Dans le même contexte, six digestats provenant de plusieurs expériences de co-digestion anaérobie, utilisant le lisier de porc ou de bovin comme substrat principal, ont été évalués dans des incubations à court terme dans le sol à 26°C pendant 56 jours. L'ajout de digestat au sol a provoqué un développement rapide de l'activité microbienne, qui se traduit par une libération importante de CO₂-C durant les premiers jours d'incubation. Ceci était lié à la présence d'une fraction organique facilement dégradable dans les échantillons de digestat. Par la suite, les taux de production de CO₂-C diminuent rapidement au cours des deux premières semaines, atteignant des valeurs presque constantes à la fin de l'incubation. Car les sources de la matière organique minéralisables ont été épuisées. La quantité de CO₂-C dégagée du sol traité par le digestat après 56 jours d'incubation (Carbone minéralisée) a augmenté significativement dans l'ordre (valeur moyenne): 639 < 653 < 730 < 948 < 1027 < 1679 g C g⁻¹ sol traité. Le Carbone organique total minéralisé à partir du digestat reflète également la biodégradabilité de différentes matières organiques présentes dans les digestats (José Antonio Alburquerque et al., 2012b).

Thomsen et al. (2013) in (Möller, 2015) ont suggèrent qu'à plus long terme, la rétention du C végétal dans le sol est peu affectée par les prétraitements tels que le passage par un ruminant et/ou la digestion anaérobie. Les mêmes auteurs concluent également que les pertes de C pendant le processus de digestion anaérobie sont compensées par la dégradation plus faible de C après l'application de l'engrais sur le terrain. Une autre étude ajoute une précision que les digestats peuvent être un meilleur engrais pour les sols plus lourds avec une teneur élevée en argile et en Carbone tandis que les lisiers de porc et le fumier de bovins (substrat ou ingestat) conviennent mieux aux sols plus légers et sableux contenant moins de Carbone organique (Risberg et al., 2016).

II.7.2.6 Le Rapport Carbone Azote C:N de digestat

Le Carbone et l'Azote sont les constituants les plus importants de toute matière organique. Leurs rapports relatifs par rapport à leurs formes minérales et organiques respectives influenceront leur utilisation agronomique (Nkoa, 2014). La quantité d'Azote requise par les

micro-organismes pour leur croissance est 20 fois plus petite que celle du Carbone (Martel, 2011a). Parmi les mécanismes qui régulent la minéralisation et la conservation de la matière organique dans le sol, un rôle déterminant est supposé par le rapport C:N. Les valeurs C:N ont été calculées en ne tenant compte que de la fraction N organique car la fraction NH_3 n'a pas contribué au renouvellement de N à moyen et long terme dans le sol; cette fraction a été rapidement perdue en raison de l'absorption par les plantes, de la volatilisation de l'Ammoniac dans l'air ou de la lixiviation des nitrates dans le sol. Les rapport C:N des digestats est beaucoup plus faibles que ceux des composts (Tambone et al., 2010). Plusieurs études montrent des intervalles de variation du rapport C:N des digestats entre (2 et 24,8) (Nkoa, 2014).

S'il y'a à la fois une faible concentration de Carbone organique et une plus grande quantité d'Azote par rapport aux besoins en micro-organismes, l'Azote sera minéralisé et libéré dans le sol. Au contraire, si la quantité d'Azote est inférieure aux besoins microbiens, l'Azote inorganique contenu dans le sol sera utilisé pour compléter le processus de biodégradation conduisant à l'immobilisation de l'Azote. Ainsi, le rapport C:N des résidus organiques doit être bien équilibré pour assurer leur stabilité une fois appliqué sur le sol. Le seuil de stabilité varie entre 10 et 20 selon les auteurs et les déchets considérés (Martel, 2011a).

Certains auteurs estiment que les produits dont le rapport C:N est supérieur à 18 peut entraîner une immobilisation d'Azote dans le sol lorsque ces produits sont incorporés dans des matériaux mous (Kirchmann et Witter, 1992). Cependant, l'utilisation du rapport C:N pour l'évaluation de la stabilité ne fait pas consensus, car ce rapport peut varier considérablement en fonction de la nature des déchets. Un rapport C:N faible (8) indiquant une libération de N élevée dans les sols. Alors un rapport C:N élevé (29) suggérant une libération de N plus faible (Tampio et al., 2016b).

Le rapport C:N des digestats est très variable, il commence par 7 pour les résidus de digestion provenant d'un mélange de cultures énergétiques, boues de vache, déchets agro-industriels et fraction organique, et proche de 25 pour les digestats des déchets alimentaires et déchets verts. Malgré la variabilité du rapport C:N selon la nature du mélange d'alimentation, les C:N des digestats sont généralement inférieurs à 20. Le faible rapport C:N pour les digestats est essentiellement dû au processus de digestion car le Carbone est dégradé pendant la digestion anaérobie alors que l'Azote total est conservé. Ainsi, ces faibles valeurs de C:N n'assurent pas inévitablement la stabilité des digestats (Martel, 2011a).

II.7.2.7 Les principaux macronutriments (N.P.K) de digestat

Les macronutriments (N, P, K) ont un grand effet fertilisant le sol mais leurs assimilabilités par les plantes est primordiale. Les mesures agronomiques d'assimilabilité des nutriments par des tests de croissance des cultures (absorption de N par les plantes par exemple et nutriments disponibles dans le sol) sont donc essentiels pour déterminer l'effet fertilisant de ces derniers (Martel, 2011a). Les concentrations solubles dans l'eau des MN (N, P, K) peuvent évaluer la disponibilité de ces éléments pour l'absorption par les plantes, car les composés solubles sont facilement assimilables. J.A. Albuquerque et al in (Albuquerque et al., 2012) ont trouvé que l'addition de digestat au sol a fourni une source de nutriments disponibles (Azote et phosphore) à court terme et a eu des effets positifs sur les propriétés biologiques du sol comme la biomasse microbienne et les activités enzymatiques, comparativement au sol non amendé. Il conduit à des rendements comparables à la fertilisation minérale pour la culture de pastèque d'été. Cela est expliqué par la disponibilité d'une quantité importante de N ammonium, qui est rapidement nitrifié et donc directement disponible pour les cultures à court terme. De plus, l'addition de digestat a conduit à une augmentation de la quantité de P disponible dans le sol; par conséquent, son utilisation agronomique devrait être basée non seulement sur le N, mais aussi sur le P qu'il fournit.

Une autre étude comparative entre les digestats et les matrices organiques bien connues (le compost et les ingestats) a été faite par (Tambone et al., 2010). Un total de 23 matrices organiques qui comprennent huit ingestats et digestats relatifs, trois composts et quatre boues digérées. Les résultats montrent que tous les échantillons de digestats étaient caractérisés par les teneurs les plus élevées en NKT, NH₃, P₂O₅ et K₂O et qu'ils présentaient donc les valeurs nutritives les plus élevées. La digestion anaérobie a permis d'obtenir un produit final (digestat) avec de très bonnes propriétés fertilisantes en raison de la teneur élevée en nutriments (N, P, K) sous forme disponible (assimilable). De cette façon, le digestat semble être un très bon candidat pour remplacer les engrais inorganiques, contribuant également, au renouvellement à court terme de la matière organique du sol.

Des différentes normes européennes existent en ce qui concerne les exigences des trois principaux nutriments (N,P,K) pour les engrais organiques. Pour qu'un engrais organique réponde aux normes françaises, les teneurs en N, K₂O et P₂O₅ totales doivent être respectivement supérieures à 3% en poids frais (AFNOR: FD CR 13456), et la somme de ces composés doit être supérieure à 7%. En outre, la teneur en Azote organique d'origine animale et / ou végétale doit être supérieure à 1%. Les normes allemandes, d'autre part, précise que les

teneurs en éléments nutritifs sur une base de la matière sèche doivent être supérieures à 0,5% (N), 0,3% (P) et 0,5% (K₂O) (Martel, 2011a).

Dans ce cadre ; six digestats provenant de quatre sources différentes ont été étudiés par Teglia et al in (Martel, 2011b). Ces sources représentées par les boues de traitement des eaux usées, des déchets de traitement des aliments, des déchets solides agricoles et la fraction organique des déchets solides municipaux sélectionnés à la source. Les résultats de cette étude démontrent que les teneurs en Azote total (N) sont sous les exigences françaises pour les engrais standardisés car l'Azote total de ces diètes est toujours inférieur à 3% de matière fraîche. Aussi les deux autres principaux nutriments (phosphore et potasse) sont également soumis aux exigences françaises de 3% de matière fraîche. Alors, selon la réglementation allemande, les engrais contiennent au moins 0,5 , 0,3 et 0,5% de MS de N, P et K. Tous les digestats étudiés satisfont à ces exigences en matière de teneur en Azote, mais seuls les ingestats qui sont en même temps suffisamment riches en potassium et en phosphore pour être normalisés en tant que produits organiques fertilisants allemands.

Similairement, une autre étude réalisée par Moritz et al 2016 in (Nabel et al., 2016) pour évaluer le potentiel de croissance de la plante énergétique *Sida hermaphrodita* dans un sol sableux marginal. Ils ont appliqué des différents traitements de fertilisation par l'utilisation d'un digestat issu de la production de biogaz et un engrais minéral commercial NPK. Le digestat originaire d'ensilage de maïs est composé par N: 0,53%, NH₄ <0,32%, P: 0,14%, K: 0,68%. Un rapport N: P: K similaire au digestat d'un engrais minéral NPK avec une part élevée d'Ammoniac a été choisi pour permettre une comparaison entre une fertilisation minérale et une fertilisation organique. Les deux engrais ont été calculés pour simuler une application totale d'Azote de 160 kg ha⁻¹, en supposant une densité de plantation de 15 000 plantes *S. hermaphrodita* par hectare. Les résultats de cette étude démontrent que le digestat était l'engrais le plus performant car il produisait des rendements similaires à ceux de la fertilisation NPK minérale mais minimisait la lixiviation des nitrates

II.7.2.8 Les principaux Micronutriments (Fe, Cu, Mn and Zn) de digestat

La teneur en micronutriments dans le digestat dépend de l'origine du substrat entrant et de la gestion du processus de digestion (Risberg et al., 2016). Une étude utilise 12 digestats issus de la co-digestion anaérobie des résidus agricoles et agroindustriels basé sur des mélanges des boues de porc (BP) ou de bovins (BB) en tant que composants principaux (José et al., 2012a). Le micronutriment le plus abondant dans les digestats était le Fe. Les boues de bovins ayant la plus grande valeur en raison de l'utilisation de sels de Fe au cours de sa digestion

anaérobie. Aussi des concentrations élevées de Cu et de Zn ont été trouvées dans les digestats en raison de l'utilisation fréquente de ces deux éléments comme additifs pour prévenir les maladies porcines et bovines et stimuler la croissance du bétail. Le contenu en Cu sur une base sèche est entre (76-682) mg/kg, avec une valeur moyenne de 173 mg/kg, et le contenu en Zn sur une base sèche est entre (222-4757) mg/kg avec une valeur moyenne de 446 mg/kg. Certaines valeurs étant supérieures aux limites établies. Une autre étude par (Möller et Müller, 2012) trouve que les retenus en micronutriment dans les bioréacteurs sont en moyenne de 21,0% de Mn, de 18,4% de Zn et 41,5% de Cu.

II.7.2.9 Métaux lourds (Cd, Co, Cr, Ni, Pb, Cu, Hg, et Zn) dans le digestat

Les travaux de (Martel, 2011a) mentionnent que les données disponibles sur la teneur en métaux lourds (Cd, Co, Cr, Ni, Pb, Cu, Hg, et Zn) dans les digestats issus des biodéchets étaient inférieurs aux recommandations de normalisation. Les normes britannique, allemandes, françaises et canadiennes de chaque métal lourd sont comme suit en mg/Kg de Matière sèche : pour le Cd est compris entre 1.5 et 3, Co 34, Cr entre 100 et 210, Ni entre 50 et 62, Pb entre 150 et 200, Cu entre 100 et 400, Hg entre 0.8 et 2, Zn entre 400 et 700. Concernant les normes des États-Unis sont très élevés et supérieurs à tous ces normes cités auparavant (Martel, 2011a). Dans ce contexte, 12 digestats issus de la co-digestion anaérobie des résidus agricoles et agroindustriels sont étudiés par Jose et al in (José et al., 2012a). Les concentrations des métaux lourds en mg/Kg de matière sèche sont comme suit : pour Ni (7 digestats) (de 6 à 36 mg/kg MS), Pb (7 digestats) (de 11 à 46 mg /kg MS), Cr (2 digestats) (de 3 à 55 mg/kg MS) et Cd (6 digestats) (de 0,1 à 1,0 mg /kg MS) . Ces normes sont généralement inférieures aux normes britanniques, allemandes, françaises et canadiennes citées en-dessus.

Une autre étude sur les digestats des fractions organiques des déchets solides municipaux démontre que la quantité de métaux lourds apportés dans les champs est identique, digestible ou non. Aussi, les teneurs en métaux lourds (ppm) sont plus élevées que dans le compost, mais n'atteignent pas les limites basses données par la loi. Ces teneurs sont prélevées sur 13 échantillons en mg/Kg de MS comme suit : Ni 28,2 mg/kg MS, Pb 59,5 mg/kg MS, Cr 36,7 mg/kg MS, Cd 0,62 mg/kg MS, Cu 77,9 mg/kg MS, Zn 269,7 mg/kg MS, Hg 0,18 mg/kg MS. Ils sont aussi généralement inférieurs aux normes britanniques, allemandes, françaises et canadiennes citées en-dessus.

Dans le même contexte une autre étude sur les teneurs en métaux lourds du digestat (mg/kgMS) à partir des échantillons séchés et comparés aux limites législatives de l'UE pour l'application du digestat. Les échantillons étudiés composés des digestats de déchets de boues

et de déchets végétaux (BDV), les digestats des déchets alimentaires (DDA) et les digestats des déchets organiques (DO). Le digestat de BDV avait la teneur la plus élevée en métaux lourds et il était le seul à dépasser les limites de la législation européenne concernant le Hg, le Cu et le Zn. Le digestat de BDV ce qui reflète très probablement la teneur en métaux lourds du mélange de matières premières, en particulier la boue activée par les déchets, car les déchets végétaux contiennent généralement des métaux lourds dans des teneurs similaires à celles des charges DA. Comparés aux déchets de boues et de déchets végétaux (BDV), les digestats de déchets alimentaires (DDA) et de déchets organiques (DO) contenaient moins de métaux lourds reflétant le contenu des charges. Les teneurs en métaux lourds entre les digestats DA et DO étaient assez similaires en Hg (0,1 e 0,3 mg / kgMS) et Cr (8 e 13 mg / kgMS), alors que DO avait une teneur légèrement plus élevée en Pb, Cd, As, Cu, Zn et faible teneur en Ni (7 mg / kgMS). En raison des caractéristiques de la matière première, le digestat BDV a montré que la teneur en métaux lourds dépassait la limite légale et empêchait ainsi son utilisation en agriculture en tant que telle, car les métaux lourds peuvent avoir des effets sur les sols et les plantes (Tampio et al., 2016b).

II.8 Conclusion

Le choix de la valorisation de la biomasse de la présente étude (foliole) par la technique de digestion anaérobie parmi les différentes techniques de valorisation citées en-dessus est attribué à plusieurs points. En première position la simplicité de la technique qui ne nécessite pas beaucoup de moyen. En deuxième position la rareté des articles qui valorisent ce type de substrat par digestion anaérobie. A travers ce chapitre, une description détaillée de processus de digestion anaérobie a été discuté. Au début, les différentes définitions de ce processus dans la littérature (plus de huit définitions) ont été abordées. En deuxième point une description détaillée des étapes de digestion anaérobie ainsi que les différentes réactions de chaque étape en se basant sur une large gamme des articles de référence dans le processus. En troisième point la microbiologie de chaque étape de digestion anaérobie et les différents micro-organismes responsables à ces étapes. Passant au quatrième point qui se rapporte aux facteurs influençant le processus. Arrivant au cinquième point et après avoir approfondi dans les études du processus de la digestion anaérobie il est apparu que la biomasse de la présente étude (foliole) nécessite une pré-hydrolyse avant de lancer le processus. A travers ce point, les différentes méthodes de prétraitement de la biomasse lignocellulosique ont été exposées en détail à savoir les méthodes physiques, chimiques et biologiques. L'objectif est l'amélioration de la digestion anaérobie et par conséquent le rendement en méthane. Parmi tous ces types de prétraitement, le

prétraitement enzymatique est le meilleur qui réalise une amélioration dans le rendement final en méthane de 485%. Quoique, le cout élevé reste toujours le principal inconvénient. En deuxième position après le prétraitement enzymatique il y a le prétraitement chimique alcalin à base de NaOH avec un taux d'amélioration de production en méthane qui atteint les 450% accompagnée d'une diminution de temps de rétention hydraulique avec un faible pourcentage des inhibiteurs après prétraitement plus le faible cout de ce dernier et la facilité de leur application. Vu ces avantages il est apparu qui est le produit le plus pratique, pour cela il est choisi pour prétraiter le substrat de la présente thèse. Terminant par le cinquième point qui concerne les produits de la méthanisation (biogaz et digestat). Cette partie est très riche en informations traitant le processus de digestion anaérobie.

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE III :
DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX
ET TECHNIQUES D'ANALYSES

III.1 Introduction

L'approche méthodologique globale de ce chapitre consiste en une description détaillée des différents montages expérimentaux, échantillonnage du substrat, prétraitement et les différentes méthodes et techniques de mesure utilisés durant cette thèse.

Deux types de réacteurs sont utilisés : des réacteurs de type batch et des réacteurs de type continu. Les réacteurs de type batch sont utilisés pour l'étude détaillée de la digestion anaérobie de broyat des folioles sans et avec prétraitement chimique. Concernant les réacteurs de type continu, avant de lancer la réaction au niveau de ces réacteurs, la préparation de l'inoculum est nécessaire pour l'alimentation en continue des digesteurs durant la période de démarrage. L'inoculum est préparé à partir des boues de la station de lagunage de la ville d'Adrar. Les réacteurs de type continu sont utilisés pour la confirmation des résultats des prétraitements physico-chimique au niveau des réacteurs de type batch. Cette partie est suivie par une description détaillée des méthodes analytiques et techniques de mesures utilisées durant la préparation de cette thèse.

III.2 Les digesteurs

III.2.1 Dispositif expérimental des réacteurs batchs

Le digesteur de type batch utilisé pour toutes les expériences qui traitent les folioles du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) variété *H'mira* durant cette étude est de la même forme comme mentionner dans la Figure 20. Il est constitué d'une bouteille en verre d'une capacité de 1L avec un volume utile qui se varié entre 500 à 700 ml selon la matière organique de l'inoculum qui se variée d'une période à une autre. Pour assurer l'anaérobiose, le bioréacteur est fermé avec un bouchon en caoutchouc muni de deux trous sur lesquels sont placés deux tubes. Le premier pour le prélèvement des échantillons liquides à l'aide d'une seringue, et le deuxième pour la récupération de biogaz produit. La sortie du biogaz est reliée à un dispositif de mesure de volume du biogaz selon la méthode de liquide déplacé. Le réacteur est incubé dans un bain marie avec un thermostat réglé à $(37,0 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$. Une agitation manuelle régulière une fois par jour est effectuée pour tous les digesteurs durant toute la période d'expérience.

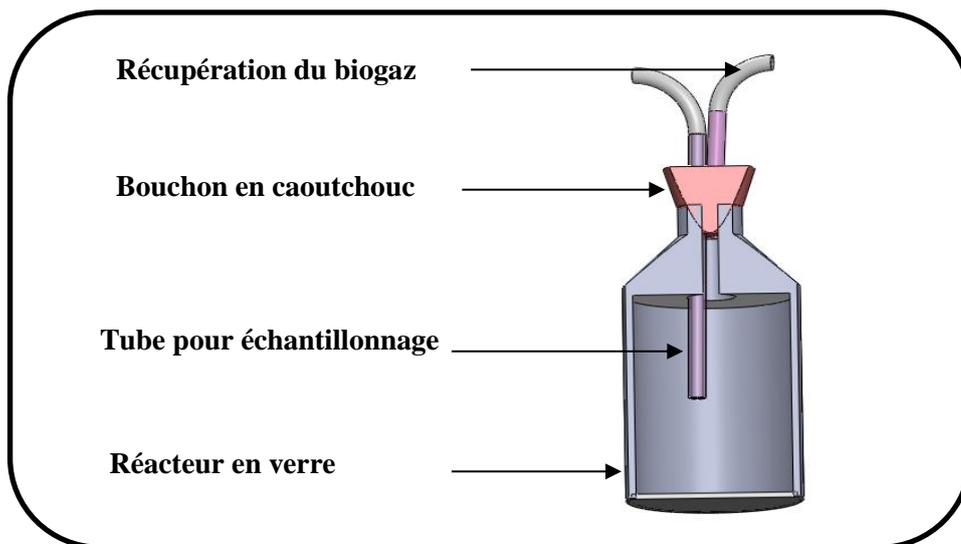


Figure 20: Le réacteur de type batch utilisé pour les expériences de laboratoire

III.2.2 Dispositif expérimental des réacteurs continus

Huit digesteurs fonctionnent en continu sont préparés au niveau du laboratoire de l'URERMS d'Adrar. Les digesteurs sont construits à partir des bouteilles en verre d'une capacité de 1 L avec un volume utile de 700 ml. Le bouchon de digesteur est équipé de deux sorties, l'une pour l'alimentation et le prélèvement et l'autre pour la récupération du biogaz. Vu que les modèles des digesteurs continus requièrent souvent des conditions de mélange complètes (Vavilin *et al*, 2007), tous les réacteurs sont mélangés complètement et d'une façon continue jusqu'à la fin de digestion. Pour cela les réacteurs sont placés sur des agitateurs

magnétiques avec une vitesse ajustée à 250 tr / min. La température des réacteurs est maintenue à 37° C en utilisant une plaque chauffante avec agitateur comme le montre la Photo 4. Le biogaz provenant des réacteurs est mesuré quotidiennement par la méthode de liquide déplacé.



Photo 4: Les digesteurs de type continu.

III.3 Échantillonnage du substrat

Les folioles sèches des palmiers dattiers Algériens (*Phoenix dactylifera* L.), de la variété *H'mira*, (teneur en humidité inférieure à 5%) sont collectées à partir de l'oasis de Gharmanou sud de la région d'Adrar, sud-ouest de l'Algérie (27 ° 52'00 "nord, 0 ° 17 '00" ouest a 264m d'altitude). La collecte passe par une succession des étapes commence par l'opération de taillage annuelle des palmiers dattier qui est considéré comme l'opération d'entretien principal apporté aux palmiers dattiers (Photo 5). Cette opération permet de récolter les fruits secs (dattes sèches) et d'éliminer les déchets comme palmes et les pétioles morts. La récolte des dattes et l'élimination des pétioles permettent de produire trois autres types de déchets qui sont les régimes et les spaths qui portent les fruits et le fibrillum qui entoure les pétioles. Durant cette opération, une quantification des déchets lignocellulosiques produits par palmier dattier a été effectuée. Après la collecte, des opérations de nettoyage et séchage ont été effectuées.



Photo 5 : l'opération d'entretien des palmiers dattiers

III.3.1 Méthode de quantification des déchets de de la variété *H'mira* dans le secteur d'étude

Durant l'élaboration de cette thèse, des études sur terrain sur la quantification des déchets de palmier dattier de la variété *H'mira* ont été effectuées. Ces études permettent de distinguer cinq catégories de déchets lignocellulosiques produits par les palmiers dattier qui sont représentées essentiellement par les palmes, les pétioles, les spaths, les régimes et les fibrillum (Photo 6). Chaque palmier dattier produits annuellement soit la totalité ou bien la majorité de ces déchets cités ci-dessus après chaque opération du taillage. Les rebuts de datte et les noyaux ne sont pas pris en compte grâce à leur destination à l'alimentation du bétail ou à la vente (Ben salah, 2014). La quantification des déchets est effectuée par un comptage direct des nombres de déchets produit par chaque palmier dattier, il est effectué aussi par des opérations de pesée directe des échantillons.



Photo 6: les cinq déchets lignocellulosiques des palmiers dattiers

III.3.2 La collecte

Les palmes sèches (morts) après l'opération de l'entretien sont collectés à part comme les autres types de déchets sous forme des paquets comme il est apparu dans la Photo 7.



Photo 7 : collecte des palmes sèches

III.3.3 Le premier lavage et séchage

Avant le lavage et pour obtenir des échantillons représentatifs, il est important de signaler que les palmes choisies sont provenus de 15 palmiers dattiers à partir de cinq jardins différents. Les palmes sèches sont lavées avec de l'eau potable (Photo 8) afin d'enlever les poussières et les altérations causées par les oiseaux et les insectes, ensuite elles sont laissées à sécher (Photo 9) au niveau du jardin à une température ambiante locale (30 - 40 ° C).



Photo 8 : premier lavage du substrat



Photo 9 : premier séchage du substrat

III.3.4 Le deuxième lavage et séchage

Un deuxième lavage concerne seulement les folioles est effectué au niveau du laboratoire avec de l'eau distillée (Photo 10) suivi par un séchage à une température ambiante (30 - 40 ° C) dans un lit de séchage pendant 72 h comme le montre la Photo 11



Photo 10 : deuxième lavage du substrat avec de l'eau distillée au niveau du laboratoire de l'URERMS d'Adrar



Photo 11 : deuxième séchage du substrat dans un lit de séchage au niveau du laboratoire de l'URERMS d'Adrar

III.4 Les prétraitements

III.4.1 Prétraitement physique (Broyage)

Les feuilles séchées sont coupées et broyées à des tailles inférieures à 2 mm (Photo 12) avec un micro-broyeur (IKA Culatti MFC Micro-Precision Beater Mill) comme le montre la Photo 13. Ce broyage mécanique est utilisé comme un prétraitement physique. L'utilisation de ce type de prétraitement est recommandée pour détruire le réseau physique et structurel de lignine et pour augmenter l'accessibilité microbienne des composés lignocellulosiques.



Photo 12 : les folioles sèches coupées et broyées à des tailles inférieures à 2 mm



Photo 13 : Le micro-broyeur (IKA Culatti MFC Micro-Precision Beater Mill)

III.4.2 Prétraitement alcalin pour les digesteurs batchs

Un prétraitement alcalin des folioles séchées coupées et broyées est effectué sur trois doses de NaOH de 6, 12 et 18% (P/P), sur la base des MO du substrat. Trois erlenmeyers remplis avec 100 ml d'eau distillée dans laquelle est versé respectivement 0,6g, 1,2g et 1,8g de NaOH, sont agitées ensuite à 250 tr / min pendant 6 h à une température de 26°C (Température ambiante) pour assurer une dissolution complète du NaOH. Après cela, 10 g MO de feuilles séchées broyées est ajoutées à chaque bouteille et mélangées uniformément. Ceci représente un rapport solide : liquide de 1 g MO de substrat/10 ml solution de NaOH.

Un échantillon est utilisé comme témoin consistant à mettre des folioles séchées broyées dans des bouteilles contenant uniquement 100 ml d'eau distillée. Les bouteilles sont placées dans un incubateur contrôlé et maintenu à 37 ° C pendant 120 heures (Photo 14).



Photo 14 : Prétraitement alcalin pour les digesteurs batchs

La charges de NaOH, la température, le temps de contact et la concentration initiale du substrat sont sélectionnés en fonction des résultats des expériences précédentes (Sambusiti et al., 2012), (Zhang et al., 2015), (Yunqin *et al.*, 2009), (Chen et al., 2014). Les expériences sont conduites en triplicata. Après 120 heures de prétraitement alcalin, les folioles séchées prétraitées sont dégradées. La dégradabilité du substrat est évaluée en mesurant le pH et les valeurs de la demande chimique en oxygène (DCO) avant et après le prétraitement comme indiqué dans les travaux de (Chen *et al.*, 2014).

III.4.3 Pré-traitement alcalin pour les digesteurs continus

Le même prétraitement alcalin qui est effectué durant l'expérience précédente de type batch avec les mêmes concentrations du NaOH est répété au niveau des digesteurs de type continu pour confirmer les résultats précédents. Dans ce cas-là et pour faciliter l'alimentation des digesteurs continus, une quantité de 1,4g de substrat qui correspond à la charge organique adéquate pour l'alimentation quotidienne des réacteurs est préparée soigneusement. La préparation est effectuée dans des pots de prélèvement en plastique. Un volume de 14 ml de solution de NaOH préparée au-paravent est ajouté à une quantité de 1,4 g (MO) de substrat (Photo 15). Ceci représente un rapport solide/liquide de 1 g MO/10 ml de solution de NaOH (Park et Kim, 2012). Parallèlement, des autres pots sont utilisés comme témoin sans prétraitement contenant la même quantité de substrat avec du l'eau distillée seulement.



Photo 15 : pots de prélèvement en plastique contenant les substrats prétraités et non traités pour alimentation des digesteurs en continus

Ensuite, les pots sont placés dans un incubateur contrôlé maintenu à 37 ° C pendant 120 heures (5 jours). Après les 120 heures de prétraitement alcalin, les folioles séchées prétraitées sont dégradées. Après chaque prétraitement, 0,1 M de l'acide chlorhydrique est utilisé pour ajuster le pH aux niveaux optimaux pour la méthanogenèse (c'est-à-dire entre 6,5-7,5) (Cho et al., 2013). Après le prétraitement alcalin et l'ajustement du pH tous les pots contenant le substrat prétraité sont conservés au réfrigérateur à 4°C jusqu'à leur utilisation. Avant l'utilisation du substrat pour la digestion anaérobie le pH est toujours contrôlé.

III.5 Préparation de l'inoculum.

Pour le démarrage normal de processus de digestion anaérobie, et afin de fournir les micro-organismes nécessaires au démarrage des réactions, il est important d'ajouter une certaine quantité d'inoculum durant la période de démarrage des digesteurs en continu. La source de ces inoculums provient généralement des digestats produits par des digesteurs en cours de fonctionnement. Les boues digérées et les fumiers des animaux sont les deux principales sources d'inoculum les plus utilisés à travers le monde. Par conséquent, les résultats de digestion anaérobie sont affectés par la source d'inoculum. Un inoculum approprié peut augmenter la production de biogaz, du taux de dégradation, rendre le processus de digestion plus stable et raccourcir le temps de démarrage.

Le substrat utilisé comme source d'inoculum dans cette expérience est constitué par les boues de la station de lagunage (traitement des eaux usées) de la ville d'Adrar, sud-ouest de l'Algérie. Les échantillons des boues ont été recueillis directement à partir du 1^{er} bassin de lagunage naturel à l'aide d'un récipient (Photo 16). L'expérience est effectuée dans le même jour de prélèvement pour éviter toute dégradation de la matière organique avant utilisation.



Photo 16 : La boue de la station de lagunage de la ville d'Adrar

Pour évaluer le bio-méthane potentiel, deux réacteurs d'une capacité de 20 L avec un volume utile de 15 L sont utilisés pour chaque expérience à l'échelle du laboratoire. Les réacteurs sont préparés en ajoutant 1,5 kg de MO de substrat et 375 g de MO d'inoculum. Le

rapport inoculum/substrat (RIS) est de 1:4 en se basant sur la teneur en MO, soit une concentration de 132,8g MO /L. Un troisième réacteur ne contenant que 375 g de MO d'inoculum est utilisé comme un blanc. Le méthane endogène produit à partir du blanc sera soustrait des essais avec le substrat. Tous les réacteurs sont fermés avec des bouchons en caoutchouc et incubés dans un bain thermostaté à $(37,0 \pm 0,1)$ °C avec agitation manuelle régulière une fois par jour pendant 1 min. Les mêmes expériences sont répétées avec la boue de la même station et les mêmes concentrations pour la préparation de l'inoculum utilisé dans les expériences de folioles utilisées dans la présente étude.

III.5.1 Les analyses bactériologiques

Dans le but de déterminer la concentration de la communauté bactérienne anaérobie contenue dans la boue (inoculum) au début et à la fin de digestion, la méthode de dénombrement microbiologique direct des micro-organismes par comptage de colonies après ensemencement dans un support nutritif solide est utilisée. L'ensemencement est effectué sur un milieu gélosé sélectif. Les microorganismes ciblés concernent les germes mésophiles totaux, Clostridium, les coliformes totaux et les coliformes fécaux.

III.5.1.1 Préparation de la solution mère et ses dilutions.

La préparation de la solution mère et ses dilutions est illustré dans la Figure 21. Une quantité de 25 ml de substrat est prélevé au digesteur après homogénéisation pour obtenir la solution mère (SM). A partir de cette solution-mère les dilutions décimales sont effectuées. A l'aide d'une pipette en verre graduée et stérile 1 ml est introduite aseptiquement de la SM dans un tube à vis stérile contenant au préalable 9 ml du diluant (eau physiologie) cette dilution est alors au 1/10 ou 10^{-1} . Après cela, 1 ml de la dilution 10^{-1} est introduite en suite dans un deuxième tube à vis stérile contenant au préalable 9 ml du même diluant : cette dilution est alors au 1/100 ou 10^{-2} . Ensuite dans un troisième tube à vis stérile contenant au préalable 9 ml du même diluant, 1 ml de la dilution 10^{-2} est introduite aseptiquement ; cette dilution est alors au 1/1000 ou 10^{-3} . Cette opération est répétée sur chaque dilution préparée jusqu'à l'obtention d'une gamme de dilutions décimales appropriées pour l'ensemencement des milieux de culture (10^{-4} , 10^{-5} , 10^{-6}). Afin de confirmer les résultats, chaque dilution est répétée trois fois.

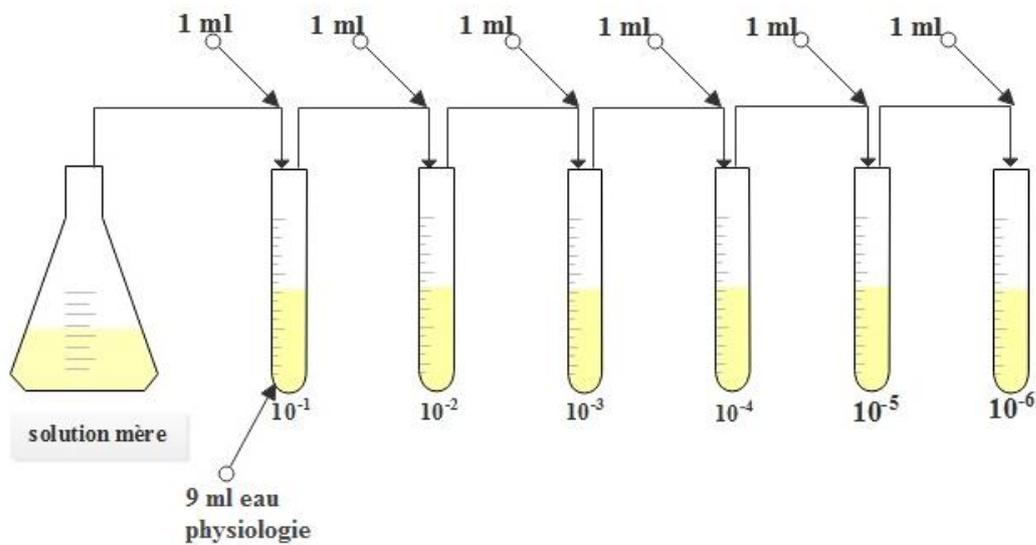


Figure 21 : Préparation de la solution mère et ses dilutions

III.5.1.2 Recherche et dénombrement des germes aérobies mésophiles totaux

La recherche des germes totaux permet de donner une idée sur la totalité des micro-organismes (bactéries, levures et moisissures). Le milieu Plate Count Agar (PCA) est la gélose standard couramment utilisée pour le dénombrement de cette flore. Une quantité de 1 ml de chaque tube de dilutions décimales allant de 1/10 à 1/1000.000 est portée aseptiquement dans les boîtes de pétri stériles. Le milieu PCA est fondu à 100°C ensuite refroidi dans un bain marie à 45°C, et il est ajouté 12 à 15 ml de ce milieu à chaque boîte contenant l'inoculum. Ensuite, le mélange est homogénéisé par des mouvements rotatifs. Une deuxième couche de 5 à 7 ml de PCA est ajoutée à chaque boîte de pétri après solidification. Cette deuxième couche résulte de la faible sélectivité du PCA. Dès que la gélose sera solidifiée, les boîtes avec des couvercles tournés vers le bas sont incubées à 30°C pendant 72 heures. Les colonies apparaissent blanchâtres sous forme lenticulaire. Après 72 heures d'incubation, le dénombrement s'effectue sur toutes les colonies ayant poussées entre les deux couches à l'aide d'un compteur de colonies muni d'une loupe ou à l'œil nu (Chérif, 2016) (Jean-Louis, 2011).

III.5.1.3 Recherche et dénombrement de spores de *Clostridium* sulfito- réducteurs

Ce sont des micro-organismes anaérobies sulfito-réductrices formant des spores et, appartenant à la famille des *Bacillacées* et au genre *Clostridium*. Son dénombrement est effectué en anaérobiose (en tube). Le milieu sélectif utilisé est la gélose viande foie. L'opération est commencée par un chauffage des tubes contenant la solution mère et ses dilutions (allant de 1/10 à 1/1000) à 80 °C pendant 8 à 10 minutes. Par la suite un refroidissement immédiat des

tubes sous l'eau de robinet. Après cela, dans des tubes à vis stériles sont mises aseptiquement 1ml de chaque dilution, puis 15 ml de gélose viande foie prête à l'emploi sont ajoutés à chaque tube et sont laissés solidifier sur la paillasse pendant 30 minutes. Ensuite, les tubes sont incubés à 37 °C pendant 18 à 24 ou au plus tard 48 heures. Les colonies formées à la fin sont noires à cause de réduction du sulfite et la production de sulfure de fer (Jean-Louis, 2011) (Mansour, 2015).

III.5.1.4 Recherche et dénombrement des Coliformes Totaux CT (ISO 4832 de 2008)

Les coliformes sont des entérobactéries (aérobies anaérobies facultatifs) qui fermentent le lactose avec production de gaz à 30°C. Le milieu sélectif utilisé est la gélose VRBG (Violet Red Bile Glucose Agar) ou (violet cristal, rouge neutre, bile, glucose Agar). Dans des boîtes de pétri stériles sont mises aseptiquement 1ml de chaque tube des dilutions décimale allant de 1/10 à 1/1000000 (la solution mère et ses dilutions). Ensuite, 15 à 20 ml de la gélose VRBG est coulé et par des mouvements circulaires, l'inoculum fait répartir. Après solidification, une nouvelle couche de 5ml de VRBA est mise sur la première, puis elle est laissée de se solidifier. Après, les boîtes sont incubées à 37°C pendant 24 heures. Après incubation de 24h, les colonies de coliformes totaux apparaissent rouges foncées (Chabouni et al., 2008) (Jean-Louis, 2011) (Mansour, 2015).

III.5.1.5 Recherche et dénombrement des Coliformes Fécaux CF (NF V08-60)

Les coliformes fécaux, c'est-à-dire d'origine intestinale, sont des coliformes qui fermentent le lactose avec production de gaz à 44°C. On les assimile souvent aux coliformes thermotolérants. La même préparation comme les coliformes totaux, sauf dans ce cas-là et après solidification du milieu, les boîtes sont incubées à 44°C pendant 24 heures à la place de 30°C. Après incubation de 24h, les colonies de coliformes fécaux apparaissent aussi rouges foncées comme les CT, pour cela le numéro de l'échantillon et le type de coliforme sont écrits sur les boîtes de Pétri (CT ou CF) (Jean-Louis, 2011) (Mansour, 2015).

III.6 Etude de DA des folioles de la variété *H'mira* sans prétraitement chimique dans un digesteur batch.

Un digesteur de laboratoire est utilisé, avec une capacité de 1 L et 0,5 L de volume utile. La concentration de MS était de 20 g / L. Le rapport inoculum / substrat (ISR) est de 0,25 sur la base de la teneur en MO. Dans les travaux de (Zhang et al., 2013) et (Kalloum et al., 2014) ont constatés que la production de biogaz augmente lorsque la valeur des RIS diminue en dessous de 0,5. Après avoir ajouté 10 g (MS) de substrat contenant 8,65 g (MO) et 100 ml contenant

2,15 g (MO) d'inoculum, le digesteur est rempli jusqu'à 500 ml avec de l'eau du robinet (Ge et al., 2014). Finalement, le réacteur est fermé hermétiquement avec un bouchon en caoutchouc et incubé dans un bain thermostaté à $(37,0 \pm 0,1)$ °C Photo 17. Cette expérience est dupliquée et les valeurs sont en moyennes. Les résultats sont donnés en tant que moyen \pm écart type (ET).



Photo 17: Réacteurs incubés dans un bain marie thermostaté à $(37,0 \pm 0,1)$ °C

III.7 Etude de DA des folioles de la variété *H'mira* en utilisant un prétraitement chimique à base de NaOH dans un digesteur batch.

Pour évaluer le BMP, cinq réacteurs de type batch d'une capacité de 1 L avec 600 ml comme volume utile sont utilisés pour l'expérience à l'échelle du laboratoire. Quatre réacteurs sont préparés en ajoutant 10 g MO des folioles séchées prétraitées et non traitées comme décrit dans la section ci-dessus. Ces dernières sont neutralisées jusqu'à un pH neutre (6,8-7) avec du HCl (Cho et al., 2013). Ensuite, 20 g de MO d'inoculum sont ajoutés à chaque réacteur. Le rapport inoculum/substrat (ISR) est de 2/1 sur la base de la teneur en MO. L'eau distillée est ajoutée pour obtenir le volume utile de 600 ml. Un cinquième réacteur contient seulement 20 g de MO de l'inoculum complété à 600 ml avec de l'eau distillée est utilisé comme blanc. Le méthane endogène produit à partir du blanc est soustrait ultérieurement de méthane des réacteurs contenant du substrat (Kaparaju et al., 2010). Chaque expérience est tripliquée.

III.8 Etude de DA des folioles de la variété *H'mira* en utilisant un prétraitement chimique à base de NaOH dans un digesteur continu.

Les prétraitements physiques et alcalins des folioles de dattier Algérien sont examinés plus en détail dans les réacteurs qui fonctionnent en continu. Quatre réacteurs en double sont lancés. Le temps de rétention hydraulique (TRH) est fixé à 15 jours. L'alimentation est effectuée manuellement à l'aide d'une seringue une fois par jour comme mentionné par (Demirel et Scherer, 2009). Le débit d'alimentation est de 66,66 ml/L/jour soit 46,66 ml/0,7L/j. Avant l'alimentation, un volume équivalent d'effluent est soutiré avec la même seringue. Les réacteurs sont fonctionnés sur une période de 136 jours. Au cours de la période de démarrage, tous les réacteurs sont alimentés uniquement avec un inoculum provenant d'un digesteur mésophile de type batch au niveau du laboratoire de l'URERMS d'Adrar, traitant la boue de station de lagunage de la ville d'Adrar selon le protocole de (Ladu et Lü, 2014). Le taux de la charge organique initiale durant la période de démarrage est de 0.61 g MO/L/jour. Après cette période de 36 jours et lorsque la production de biogaz s'est stabilisée, la digestion en continue des folioles séchées de palmier dattier Algérien (*Phoenix dactylifera* L.), connues sous le nom de *H'mira* variété (prétraité et non traité) est examinée. Au cours de cette étape, la charge organique est augmentée à une valeur de 2 g MO /L/jour (du 37 au 136ème jour). Cette charge de 2g MO/l/jour correspond à 1,4gMO/700ml/jour. Des échantillons pour le pH, la DCO, l'alcalinité et les acides gras volatils (AGV) sont prélevés deux fois par semaine

III.9 Méthodes analytiques

Avant les analyses, les échantillons doivent être homogènes, afin d'assurer que l'analyse est représentative pour l'échantillon.

III.9.1 Matière Organique (MO) et Matière Sèche (MS)

La matière sèche et la matière organique sont effectués selon le protocole de la méthode décrite par (William, 2001)

III.9.1.1 Matière sèche (MS)

Un creuset propre et résistant à la chaleur (porcelaine) est séché à 105 ° C pendant environ 30 minutes pour garantir son séchage complet. Ensuite, le creuset est pesé à une balance électronique (deux décimales) soit (P1). Un échantillon correspondant à environ 2/3 du volume du creuset est ajouté et pesé. Le creuset + l'échantillon correspond (P2). Après, le séchage de l'échantillon à 105 ° C pendant 24 heures et le refroidissement à une température ambiante dans un dessiccateur individuel contenant un dessiccant frais, le creuset + l'échantillon sont ensuite pesés à nouveau.

Pour la confirmation du poids, l'échantillon est chauffé pendant 1 heure à 105°C, ensuite il est refroidi pour équilibrer la température dans un dessiccateur et il est pesé. Les opérations de chauffage, de refroidissement, de dessiccation et de peser sont répétées jusqu'à ce que le changement de poids soit inférieur à 4% du poids total. Le poids final est enregistré en tant que «P3».

Le pourcentage de la matière sèche pour les échantillons est calculé comme suit selon l'Eq. 18 suivante;

$$\% \text{ Matière Sèche} = \frac{P_3 - P_1}{P_2 - P_1} * 100 \quad \text{Eq. 18}$$

III.9.1.2 Matière Organique (MO)

Les creusets d'évaporation contenant les échantillons séchés (MS) sont transférés dans un four à moufle froid. Par la suite, le four est chauffé à 550°C et l'allumer pendant 2 heures. Après, les échantillons sont refroidis dans un dessiccateur pour équilibrer la température et sont pesés par la suite.

Pour la confirmation du poids, l'échantillon est chauffé à nouveau pendant 30 min à 550°C, ensuite il est refroidi pour équilibrer la température dans un dessiccateur et il est pesé. Les étapes d'allumage (30 min), de refroidissement, de dessiccation et de pesée sont répétées

jusqu'à ce que le changement de poids soit inférieur à 4%. Selon la valeur la moins élevée, le poids final est enregistré en tant que « P4 ».

Le pourcentage de la matière organique par rapport à la matière sèche est calculé comme suit selon l'Eq. n° 19 ;

$$\% \text{ Matière Organique} = \frac{P_3 - P_4}{P_3 - P_1} * 100 \quad \text{Eq.19}$$

III.9.2 Le volume de biogaz et du méthane

Le volume de biogaz est mesuré quotidiennement par la méthode du liquide déplacé (Figure 22). La solution de remplissage est constituée d'eau distillée mélangée à une solution de NaCl (10 g / L) acidifiée à une valeur de pH de 2 en ajoutant du HCl afin de minimiser la dissolution de CO₂ selon (Kalloum et al., 2011).

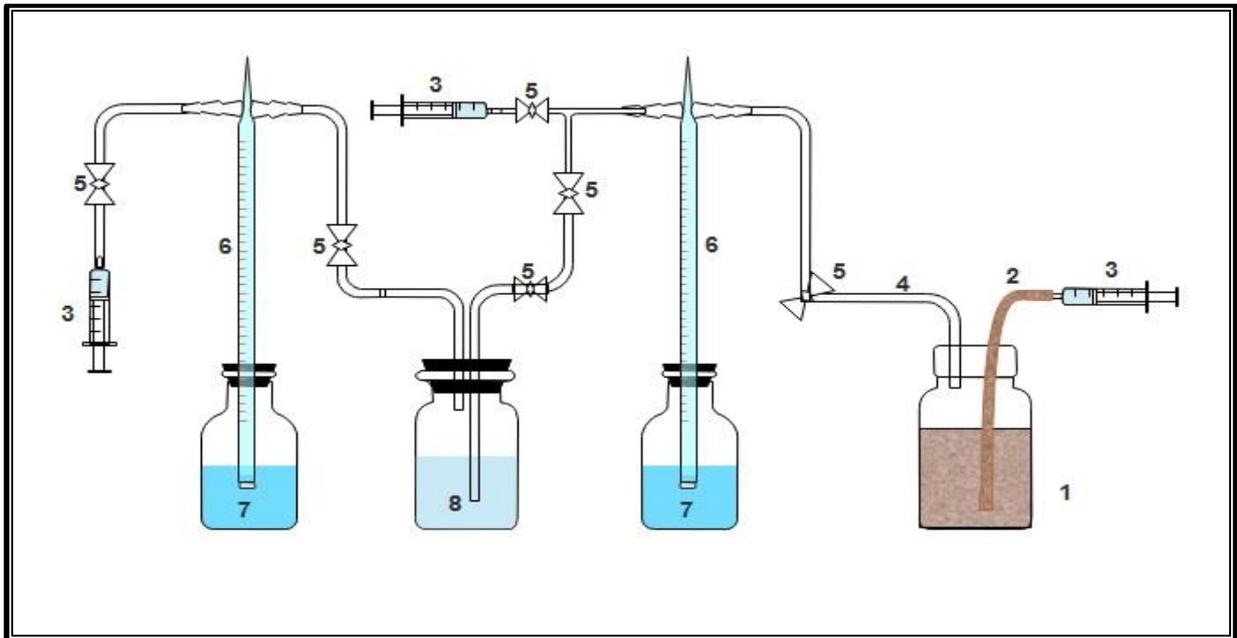


Figure 22: Système de liquide déplacé pour mesurer le volume du biogaz

- 1- Réacteur de l'expérience
- 2- Tube pour prélèvement de l'échantillon
- 3- Seringue
- 4- Tube pour récupération du biogaz
- 5- Vanne
- 6- Burette graduée
- 7- Solution acide pH=2
- 8- Solution alcalin 3M

Le volume de méthane est mesuré quotidiennement à l'aide d'une solution alcaline selon (Yunqin et al., 2009). La production de méthane accumulée est calculée en ajoutant chaque rendement quotidien en méthane jusqu'à la fin de l'expérience.

Tous les volumes de biogaz sont normalisés aux conditions de température et de pression standard CSTP selon la loi des gaz parfaits. Le bio-méthane potentiel (BMP) est déterminé par Eq. 20

$$BMP = (V_{CH_4,substrat} - V_{CH_4,blanc})/MO_{substrat} \quad \text{Eq. 20}$$

Où $(V_{CH_4,substrat} - V_{CH_4,blanc})$ (mlCH₄) est le volume net (aux conditions de température et de pression standards, STP) de méthane mesuré à la fin de l'essai ; La MO substrat est la masse de la matière organique dans le substrat (gMO).

III.9.3 Le pH

Le pH est défini comme le logarithme négatif de la concentration en ions hydrogène $-\log [H^+]$. La mesure de ce paramètre est importante dans le processus de digestion anaérobie. Une plage de pH de 6,8 à 7,2 est favorable pour le bon fonctionnement des bactéries anaérobies. Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre modèle (Mettler-Toledo AG).

III.9.4 Mesure de titre alcalimétrique complet (TAC)

L'alcalinité totale (TAC) est mesurée selon la méthode décrite par (Yang et Anderson, 1992) Eq. 21 ;22 et 23.

La mesure de ce paramètre est importante, elle donne une idée sur la capacité tampon du milieu dans le contexte de la digestion anaérobie. Pendant la production des AGV durant la phase acidogénèse, l'alcalinité réduit les changements de pH. Selon (Mussoline et al., 2013) l'alcalinité est produite lorsque l'azote ammoniacal réagit avec du CO₂ pour produire du bicarbonate d'ammonium.

Les étapes de mesure de ce paramètre commencent par une filtration ou centrifugation de l'échantillon pour prendre un volume approprié (V_e ml). Puis ce volume est mis dans un bécher sur un agitateur magnétique à faible rotation (60 - 100 tr / min) pour minimiser (éviter) l'entrée ou la perte de CO₂. Finalement ce volume est titré avec du H₂SO₄ (0,1 N) jusqu'à pH = 4 (+/- 0,1), et le volume d'acide ajouté correspond V ml

$$TAC = \frac{V \times 0,1 \times 1000}{V_e} \quad \text{Eq. 21}$$

1000 :1 litre

$$TAC = V \times 4 \text{ en meq. l}^{-1} \quad \text{Eq. 22}$$

Ou

$$TAC = V \times 4 \times 0,05 \text{ en } g.l^{-1} \text{ de } CaCO_3 \quad \text{Eq. 23}$$

III.9.5 Mesure des acides gras volatiles (AGV)

Les acides gras volatils (AGV) sont déterminés par titrimétrie et les résultats sont exprimés en équivalent acide acétique selon l'Eq. 24, 25 et 26 (Rosemarie et Albertson, 1961) (Yang et Anderson, 1992). La mesure de ce paramètre est un moyen de contrôler le bon fonctionnement des digesteurs, parce que les fortes accumulations des AGV perturbe toutes les étapes de dégradation biochimique (Bollon, 2012). Les étapes de mesure de ce paramètre commencent par l'utilisation du même bécher de titrage des TAC et avec la même solution (H_2SO_4 0,1 N) le titrage est continué jusqu'à pH 3,5 (+/- 0,1), après le liquide est bouillir pendant 3 minutes exactement est refroidie par la suite. Le liquide refroidi est déplacé sous les électrodes du pH-mètre et le titrage avec le NaOH 0,1 N commence avec une burette sous agitation jusqu'à pH= 4, soit V_2 le volume obtenu. Le titrage avec le NaOH est continué jusqu'à pH=7, soit V_3 le nouveau volume.

$$AGV = \frac{(V_3 - V_2) \times 0,1 \times 1000}{V_e} \quad \text{Eq. 24}$$

$$AGV = (V_3 - V_2) \times 4 \text{ en } meq.l^{-1} \quad \text{Eq. 25}$$

Ou

$$AGV = (V_3 - V_2) \times 4 \times 0,06 \text{ en } g.l^{-1} \text{ d'acide acétique} \quad \text{Eq. 26}$$

III.9.6 La Demande Chimique en Oxygène (DCO)

La DCO est mesurée par la méthode standard titrimétrique à reflux fermé 5220 C; un dispositif de centrifugation est utilisé pour séparer le liquide du substrat (AWWA-APHA-WEF, 1999).

La DCO est un paramètre important dans le processus de digestion anaérobie, il donne une idée sur la capacité énergétique d'un substrat. Cette dernière, est le maximum absolu de l'énergie qui pourrait être récupérée par le biogaz. Cependant, dans les différentes conditions chimiques, certaines substances ne sont pas accessibles dans les conditions biologiques, mais peuvent être oxydées et restent dans le digestat (Wellinger et al., 2013). La définition de la DCO selon la méthode standard est la quantité d'un oxydant spécifié qui réagit avec l'échantillon dans des conditions contrôlées. La quantité d'oxydant consommée est exprimée en équivalence en oxygène. L'ion dichromate ($Cr_2O_7^{2-}$) est l'oxydant spécifier dans cette méthode et il est réduit en ion chronique (Cr^{3+}). Les composants organiques et inorganiques d'un échantillon sont

assujettis à l'oxydation, mais dans la plupart des cas, le composant organique prédomine et présente un plus grand intérêt.

L'opération est effectuée par le chauffage de l'échantillon au reflux dans une solution fortement acide avec un excès connu de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$). Après digestion, le $K_2Cr_2O_7$ non réduit restant est titré avec du sulfate d'ammonium ferreux pour déterminer la quantité de $K_2Cr_2O_7$ consommée et la matière oxydable est calculée en équivalent d'oxygène.

Cette procédure est applicable aux valeurs de DCO comprises entre 40 et 400 mg d' O_2 /L. Obtenir des valeurs plus élevées par dilution.

La DCO est calculée selon l'Eq. 27 suivante :

$$DCO \left(mg \frac{O_2}{L} \right) = \frac{(VT - VE) \times 8000 \times T}{Ve} \quad \text{Eq. 27}$$

V_e : volume d'échantillon

V_T : volume du sel de Mohr nécessaire pour le dosage de témoin (essais à blanc) (ml)

V_E : volume du sel de Mohr nécessaire pour le dosage de l'échantillon (ml)

T : Titre de la solution de sel de Mohr (mol/l)

8000 : poids milliéquivalent d'oxygène \times 1000 ml/L

III.9.7 Analyse lignocellulosique

Les teneurs en lignine, cellulose et hémicellulose sont déterminées selon la méthode quantitative et qualitative décrite par (Bendahou et al., 2007), (Mahdjour, 2013) et (Bokhari, 2016) résumé par la Figure n°23 .

III.9.7.1 Préparation de l'échantillon

Les folioles sèches des palmiers dattiers avec un taux d'humidité de 5% sont lavées, séchées et broyées à l'aide d'un broyeur de laboratoire muni d'un tamis de diamètre de 0,5 mm.

III.9.7.2 Préparation de résidu pariétale (RP)

La préparation du résidu pariétal est effectué selon la méthode décrite par (Bendahou et al., 2007). Cette étape permet nettoyer le substrat par l'élimination des lipides, des tanins, des pigments, des sucres libres et de poudres végétales pour ne pas confondre les résultats après durant les calculs des composés lignocellulosique. Une quantité initiale de 20g de substrat préparée préalablement est traitée sous reflux dans un appareil Soxhlet contenant un mélange du toluène-EtOH à 38:62 pendant 24 h.

Pour éliminer les protéines résiduelles, le résidu insoluble après extraction par Soxhlet, est traité avec de l'eau chaude (100°C) pendant 2x2 h et il est séché dans une étuve à 60°C pendant 48h. La procédure de séchage est répétée, jusqu'à ce que le changement de poids soit inférieur à 4% ou à 50 mg, selon la valeur la moins élevée. Après séchage, ce résidu constitue la fraction pariétale brute

III.9.7.3 Délignification de résidu pariétale

Les lignines sont extraites à partir du résidu pariétal de manière séquentielle en utilisant une solution aqueuse d'agent chélateur de calcium à 0,5% d'EDTA pendant 2x2 h à 22 ° C. Par la suite, le résidu est récupéré par filtration (porosité 3) et traité avec une solution de chlorite de sodium (0,047 g.g-1 de RP) à 70 ° C en milieu acide (0,2 ml d'acide acétique par gramme de substrat) pendant 1 h pour éliminer la lignine. Le résidu est filtré et rincé par 400 ml d'eau et filtré autre fois (porosité 3) pour obtenir le résidu délignifié. La teneur en lignine est calculée selon l'Eq. n°28

$$\text{lignine \%} = \frac{\text{poids du résidu pariétal brute} - \text{poids du résidu délignifié}}{\text{la masse de la prise d'essais}} \times 100 \quad \text{Eq. 28}$$

III.9.7.4 Extraction des hémicelluloses

Le résidu délignifié obtenu est composé essentiellement de l'holocellulose qui est composé de cellulose et des hémicelluloses. Les hémicelluloses sont extraites par des traitements alcalins en utilisant 2% de solution aqueuse de NaOH pendant 2x2 h à 80 °C. Les résidus insolubles sont séparés de la fraction hémicellulosique dissoute par filtration. Le pH des filtrats alcalins est neutralisé par l'ajout d'acide acétique 20% jusqu'à pH 5-6. Une fraction de filtrat est précipitée et récupérée par centrifugation pour donner la (fraction A). Les hémicelluloses qui restent en solution dans le filtrat (fraction B), sont ensuite précipitées par ajout de quatre volumes d'éthanol. Ensuite, les deux fractions (A et B) sont placées en dialyse spectrapor dont les mailles sont comprises entre 6000 et 8000 Da pendant 24 h avant d'être lyophilisées. La teneur en hémicellulose est calculée selon l'Eq. n°29

$$\text{hémicellulose \%} = \frac{\text{poids du résidu lyophilisée}}{\text{la masse de la prise d'essais}} \times 100 \quad \text{Eq. 29}$$

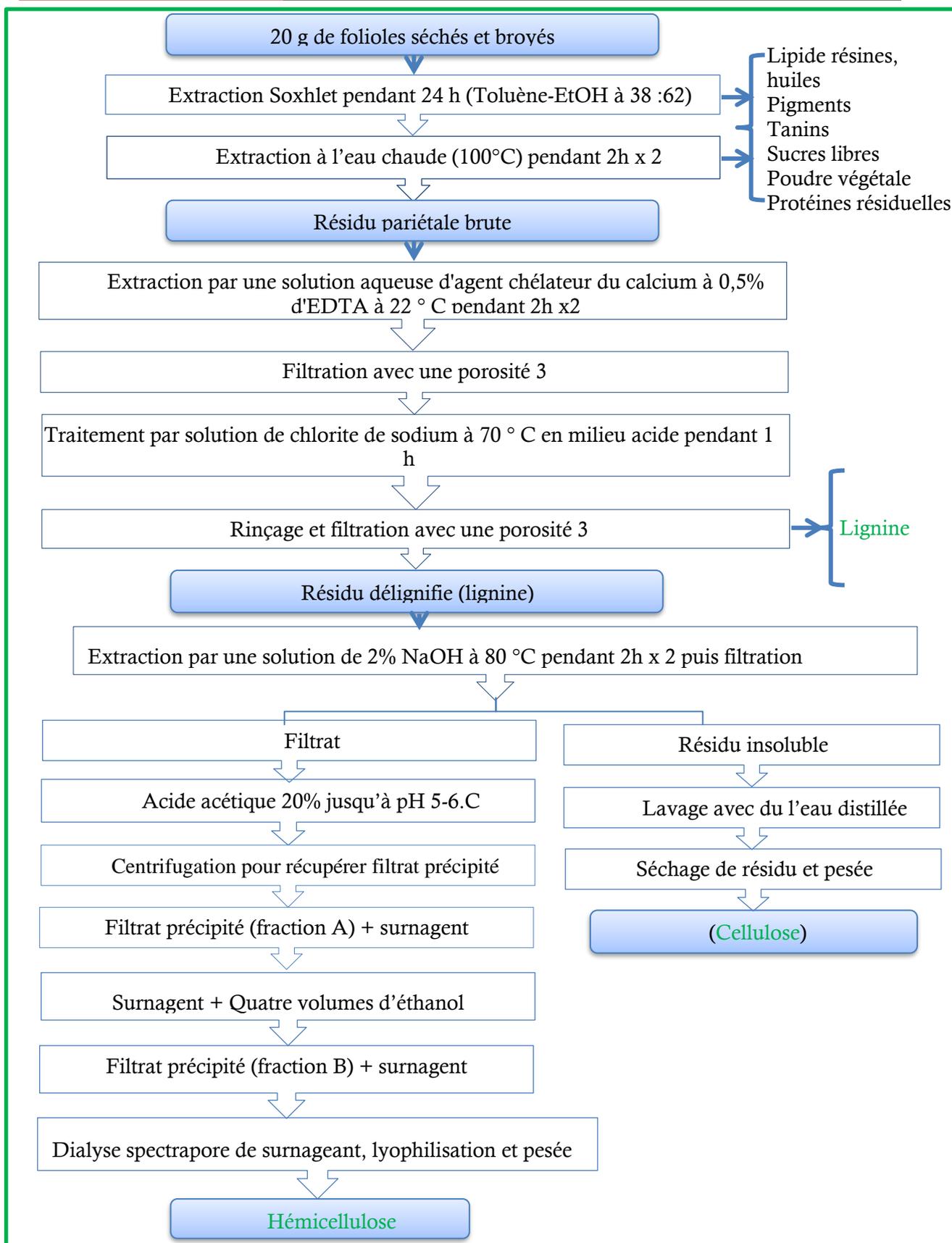


Figure 23: Etapes de détermination des teneurs en lignine, cellulose et hémicellulose. Informations collectées à travers plusieurs références (Bendahou et al., 2007), (Mahdjour, 2013) et (Bokhari, 2016)

III.9.7.5 Pourcentage de cellulose

La cellulose correspond au résidu insoluble de l'extraction alcaline séparé préalablement de la fraction hémicellulosique. La teneur en cellulose est calculée selon l'Eq. n°30.

$$cellulose \% = \frac{\text{poids des résidus insolubles}}{\text{la masse de la prise d'essais}} \times 100 \quad \text{Eq. 30}$$

III.9.8 Spectroscopie FT-IR

Afin de déterminer l'influence du prétraitement chimique à base alcalin sur la composition chimique des fibres des folioles de la variété *Hmir*, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) est utilisé à l'aide d'un spectrophotomètre FT-IR (Agilent Technologies, Cray 630 FT-IR).

III.9.9 La teneur en Azote totale

La teneur en Azote totale est dosée après minéralisation par la méthode de Kjeldhal selon la méthode décrite par (Bensch et Flouzat, 2012) et (AFNOR, 2004) .

Le principe de la méthode commence par la minéralisation du substrat qui permet de transformer l'Azote de la forme organique à la forme minérale sous forme d'ion d'ammonium (NH_4^+) en présence d'acide sulfurique (H_2SO_4) et un catalyseur. Par la suite, l'ajout d'une base forte permet de libérer l'Ammoniac. Après cela, la distillation permet de récupérer le distillat contenant de l'Ammoniac libéré dans une solution d'acide borique. Le distillat est dosé ultérieurement par une solution d'acide sulfurique de titre connu. Le point d'équivalence est visible par le changement de coloration du vert au rose.

Le mode opératoire est comme suit :

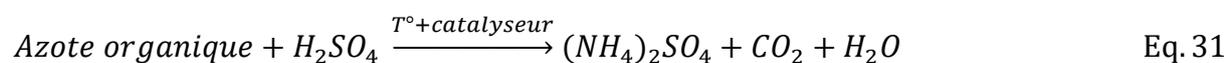
- **Prise d'essai**

La préparation de l'échantillon commence par le lavage, le séchage et le broyage à des tailles inférieures à 1mm. Par la suite 1 g de l'échantillon préalablement préparé est séché à 105°C jusqu'à poids constant avant de l'introduire dans les tubes de digestion.

- **Minéralisation**

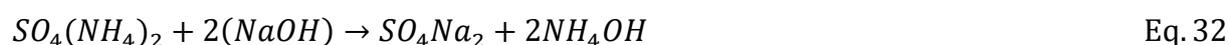
La minéralisation commence par le préchauffage de minéralisateur à (410 °C) pendant 15 min avant de mettre les tubes à essai spécifiques (matras). Par la suite, 1g de l'échantillon préalablement préparé plus 15 ml de H_2SO_4 concentré à 98% plus 1 mg de catalyseur en poudre composé d'un mélange de 2 % de sélénium SeO_2 , de 1,5% de sulfate de cuivre CuSO_4 et de

96,5% de sulfate de potassium K_2SO_4 sont introduits dans chaque matras. Ensuite, les matras sont placés dans le minéralisateur et se sont branchés au système d'évacuation des gaz pour minéralisation jusqu'à l'obtention d'une couleur claire qui indique la transformation de tout l'Azote organique en Azote minérale selon l'Eq. n°31



- **Distillation**

Pour transformer l'Azote sous forme de sulfate d'ammonium $SO_4(NH_4)_2$ en Ammoniac NH_3 , en première étape, un excès de la soude caustique (NaOH) à 32% correspond 3 fois le volume de H_2SO_4 utilisé lors de la minéralisation et il est ajouté au digestat refroidi selon l'Eq. n°32.



En deuxième étape et après cette réaction, et pour obtenir un distillat contenant de l'Ammoniac NH_3 , un chauffage du mélange pendant 4 min est effectué selon l'Eq. 33

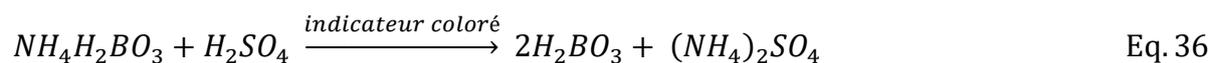


Ensuite, le distillat sous forme d'hydroxyde d'ammonium est récupéré par condensation des vapeurs d'Ammoniac au contact d'un réfrigérant dans un récipient contenant de l'acide borique selon l'Eq. n°34.



- **Titrage**

Après l'étape de distillation et la récupération des vapeurs d'hydroxyde d'ammonium dans la solution de l'acide borique qui contient l'indicateur coloré tashiro (mélange de rouge de méthyle et de bleu de méthylène), un titrage colorimétrique direct par une solution d'acide sulfurique 0,1 N est effectué selon les Eq.s suivantes (35) et (36):



Le virage de l'indicateur coloré du vert au rose représente le point d'équivalence visible.

- **Essais à blanc**

Un essai à blanc est effectué en introduisant le papier de pesé dans le tube de minéralisation en appliquant les mêmes conditions que l'échantillon.

- **Expression des résultats**

Le taux en Azote totale dans le substrat est calculé selon l'Eq. n°37 comme suit

$$N\% = \frac{(V_1 - V_0) \times T \times 14 \times 100}{m \times 1000} \quad \text{Eq. 37}$$

V_1 : Volume d'acide sulfurique 0,1 N utilisé pour neutraliser l'échantillon ; en ml

V_0 : Volume d'acide sulfurique 0,1 N utilisé pour neutraliser le blanc ; en ml

T : Titre d'acide sulfurique en normalité (0,1N)

m : masse de la prise d'essais

III.9.10 La teneur en lipides

La teneur en lipides est importante dans le processus de digestion anaérobie, ils sont hydrolysés en acides gras et en glycérol par les microorganismes. Le glycérol est métabolisé par la suite en acide propionique (Kounouz, 2005).

La teneur en lipides totaux est déterminée par la méthode d'extraction standard 5520 E (AWWA-APHA-WEF, 1999).

Le principe de la méthode est basé sur l'extraction standard solide liquide dans un appareil Soxhlet en utilisant un solvant organique. La teneur de substrat en huile et en graisse est déterminée après élimination du solvant d'extraction en pesant le résidu restant de l'extrait obtenu.

• Préparation de l'échantillon

L'échantillon à analyser est préparé convenablement selon les normes ISO 542 et 664 (Nettoyage et séparation des impuretés, broyage à des tailles fines inférieures à 2mm, séchage jusqu'à une valeur d'humidité inférieure à 10%).

• Procédure

Une quantité de 10 g de l'échantillon préalablement préparée (m_e) est transférée à la cartouche d'extraction et elle est installée dans l'appareil Soxhlet. Par la suite une quantité adéquate du solvant est versée dans un ballon de capacité de 200 ml à 250 ml. Le pesé du ballon correspond (m_i). Ce dernier contient quelques granules de pierres à ponces, bien nettoyées préalablement, séchées à l'étuve et ensuite refroidies dans un dessiccateur. Puis l'extraction est lancée à l'appareil Soxhlet en trois cycles (4 + 2 + 2 heures) afin d'obtenir une récupération complète de l'huile contenant dans le substrat. La durée a varié légèrement (± 10 min) entre un cycle et un autre, mais elle n'est pas étendue pendant une longue durée.

III.9.10.1 La première extraction

Après une durée de 4 h d'extraction et de refroidissement convenables, la cartouche est enlevée de l'appareil Soxhlet et elle est placée ensuite dans un courant d'air afin d'éliminer la majeure partie du solvant résiduel.

III.9.10.2 La Deuxième extraction

Le substrat contenu de la cartouche est vidé dans un micro-broyeur et broyé pendant 7 min. Après cela, toutes les particules de substrat sont récupérées du broyeur et replacées dans la cartouche et remises dans l'appareil Soxhlet à nouveau. Après une durée de 2 h d'extraction et refroidissement, l'opération décrite ci-dessus est répétée (élimination de solvant, broyage, récupération de substrat dans la cartouche est remise dans l'appareil Soxhlet)

III.9.10.3 La Troisième extraction

Une troisième extraction d'une durée de 2 h est procédée comme avant en utilisant le même ballon.

III.9.10.4 Elimination du solvant et pesée de l'extrait

Le solvant est éliminé par distillation en utilisant un rota-vapeur. La partie du solvant qui reste dans le ballon est éliminée par chauffage dans une étuve à (80 ± 2) °C pendant 30 min à 60 min sous pression atmosphérique. Par la suite, le ballon est refroidi pendant au moins 1h dans un dessiccateur pour atteindre la température ambiante. Après, il est pesé à 1 mg près. Le chauffage, le refroidissement et la pesée sont répétés jusqu'à ce que la différence entre les deux pesées ne dépasse pas les 5 mg. A la fin, la masse finale du ballon est enregistrée comme m_f

III.9.10.5 Expression des résultats

Le pourcentage des lipides dans le substrat est calculé selon la formule 38 suivante :

$$\text{lipide \%} = \frac{(m_f - m_i)}{m_e} \times 100 \quad \text{Eq. 38}$$

III.9.11 Le rendement en méthane

Le rendement en méthane est généralement exprimé en Eq (39) selon (Saber, 2015).

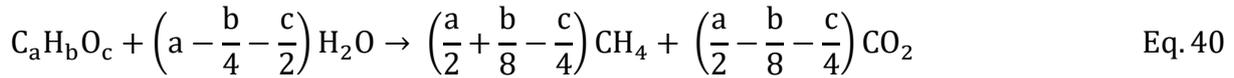
$$\text{Rendemenr en Methane} = V_{CH_4}/mMOi \quad \text{Eq. 39}$$

V_{CH_4} : Volume en méthane

$mMOi$: Masse initiale de matière organique

III.9.12 Le potentiel théorique de rendement en méthane

Le potentiel théorique de rendement en méthane pourrait être obtenu sur la base des compositions élémentaires du substrat $C_aH_bO_c$, comme indiqué dans les Eq. 40 et 41, respectivement, en utilisant la formule stœchiométrique de Buswell citée dans (Angelidaki and Sanders, 2004)



Le potentiel théorique de rendement en méthane a été calculé comme suit :

$$R_{CH_4}^{The}(STPL/g_{MO}) = \frac{22,4(4a + b - 2c)}{8(12a + b + 16c)} \quad \text{Eq. 41}$$

Où " $R_{CH_4}^{The}$ " est le rendement théorique en méthane, 22,4 est le volume de 1 mole de gaz aux conditions de pression standard (1 atm) et de température (0 ° C) (conditions STP).

III.9.13 Biodégradabilité

La matière première biodégradable peut être estimée par l'élimination de la DCO et de MO, en utilisant les Eq.s 42 et 43 respectivement.

Le taux d'élimination de la DCO (BD) est calculé par l'Eq. (38).

$$DCO \text{ removal } \% = \left[1 - \frac{DCO_f}{DCO_i}\right] \times 100 \quad \text{Eq. 42}$$

où (DCOf) et (DCOi) sont les DCO finales et initiales de la DA.

$$MOBD (\%) = MO \text{ reductions } (\%) = \left(\frac{MO_i - MO_f}{MO_i}\right) \times 100 \quad \text{Eq. 43}$$

Où (MOi) est le taux de la matière organique au début de digestion et (MOf) est le taux des solides volatiles à la fin de digestion.

Tous les tests sont triplés et leurs valeurs sont moyennées. Les résultats sont donnés en moyenne \pm écart type (ET).

CHAPITRE IV :

RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation et la discussion des résultats des expériences réalisées au niveau de laboratoire de bioconversion de la division thermique de l'URERMS d'Adrar concernant l'amélioration de la digestion anaérobie des déchets organiques dans un digesteur en continu. Les déchets organiques choisis pour la présente étude sont comme cités en-dessus représentés par les folioles sèches de palmier dattier Algérien de la variété « *H'mira* ». La méthode choisie pour améliorer la DA est celle du prétraitement chimique à base de l'hydroxyde de sodium NaOH.

Ce chapitre traite quatre volets. Le premier volet est consacré l'investigation sur terrains et au laboratoire de la variété *H'mira* dans le secteur d'étude (wilaya d'Adrar). Le deuxième volet discute les résultats des expériences réalisés aux niveaux des digesteurs de type batch (les folioles sans prétraitement et les folioles avec prétraitement chimique). Le troisième volet discute les résultats des expériences réalisés aux niveaux des digesteurs en continus (la préparation de l'inoculum pour la période de démarrage et la DA des folioles avec prétraitement chimique aux niveaux des digesteurs en continus). Le quatrième volet est consacré à l'évaluation énergétique du méthane produit par ce type de substrat.

Au cours du premier volet, l'investigation sur terrains comporte l'évaluation quantitative des déchets de la variété *H'mira* dans le secteur d'étude (wilaya d'Adrar), alors que l'investigation au laboratoire concerne les caractéristiques chimiques des folioles (substrat de l'étude) de cette variété et la quantification de la capacité théorique de production en méthane à partir des folioles de cette variété.

Le deuxième volet (digesteurs de type batch). Durant la première expérience et afin de comprendre les effets de prétraitement chimique de substrat sur le rendement en biogaz, les réactions sont initialement effectuées sans prétraitement chimique avec uniquement un broyage. Dans cette partie, une évaluation et discussion des caractéristiques du substrat avec une analyse de ses capacités théoriques et expérimentales de production en biogaz, sa biodégradabilité et sa cinétique de DA sont abordées. Arrivant à la deuxième expérience qui traite l'amélioration de la digestion anaérobie des folioles en utilisant un prétraitement physico-chimique à base de la soude caustique NaOH avec trois concentrations à savoir 6%, 12% et 18%. La discussion des résultats de cette expérience traite les effets des prétraitements physico-chimiques sur le substrat, sa biodégradabilité, le temps de digestion technique, les rendements quotidien et accumulatif en méthane ainsi qu'une comparaison des résultats de la présente étude avec les résultats des autres substrats lignocellulosiques prétraités avec du NaOH.

Passant par le troisième volet qui est la digestion de substrat en continue. Cette partie

commence par la préparation de l'inoculum de la présente étude qui provient des boues de la station de lagunage de la ville d'Adrar, où ses caractéristiques, sa cinétique de digestion anaérobie ainsi que ses capacités de production en biogaz seront discutées. Analysant aussi ses activités microbiennes afin de développer une idée globale sur ce type d'inoculum ainsi que sur la durée exacte de période de démarrage afin de pouvoir arrêter l'inoculation des digesteurs en continu durant cette période dans le moment idéale. La préparation de l'inoculum est suivie par le lancement des digesteurs des expériences au niveau des digesteurs continus qui traite le même substrat (folioles) avec les mêmes prétraitements physico-chimiques afin de confirmer les résultats des digesteurs en type batch. Dans ce cadre-là, cette partie est commencée par une discussion détaillée des résultats de la technique analytique de la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR) utilisé pour l'identification de l'effet de prétraitement physico-chimique de substrat en comparaison avec le substrat brute. Par cette technique un suivi des changements chimiques et structurels de la biomasse lignocellulosique pour l'identification des effets du prétraitement alcalin à base du NaOH sur la digestibilité de la biomasse de la présente étude (Foliole de la variété *H'mira*) est effectué. Par la suite une analyse et discussion détaillée des résultats obtenus par les réacteurs continus. Commencant par un suivi des paramètres de surveillance du processus de DA représentés essentiellement par le pH et la DCO durant les 140 jours de l'expérience. Et terminant par l'étape finale qui est le suivi quotidien de rendement en méthane et la comparaison de ce dernier avec les résultats obtenus précédemment.

Arrivant au quatrième volet qui est consacré à l'évaluation énergétique du méthane produit par ce type de substrat.

IV.2 Investigation sur terrains et au laboratoire de la variété *H'mira* dans le secteur d'étude

Cette partie est consacré uniquement à l'étude de la variété *H'mira* dans la région d'Adrar, et plus précisément elle traite les déchets lignocellulosique de cette variété dans l'Oasis de village de Gharmianou, commune de Tamest, Wilaya d'Adrar sud-ouest de l'Algérie. Elle commence par une investigation sur terrains qui comporte une évaluation qualitative et quantitative des déchets lignocellulosique produit à partir de cette variété. Par la suite, une investigation au niveau du laboratoire sur les principales caractéristiques chimiques des folioles de cette variété (substrat de la présente thèse) en se basant sur la composition lignocellulosique de ce substrat ainsi que sur d'autres paramètres. Cette étude est accompagnée d'une comparaison avec d'autres études sur d'autres variétés. A la fin de cette partie une quantification de la capacité théorique de production en méthane à partir des folioles de cette variété accompagnée d'une comparaison avec d'autres variétés.

IV.2.1 Poids moyen de chaque type de déchets de palmier dattier

L'opération d'évaluation du poids de chaque type de déchets de palmier dattier est basée sur la pesée des déchets de 15 palmiers dattier de variété *H'mira* au niveau de cinq jardins différents (3 palmiers par jardin) dans l'Oasis de village de Gharmanou, commune de Tamest, Wilaya d'Adrar sud-ouest de l'Algérie. L'opération commence par la pesée de 5 unités de chaque déchet pour chaque palmier (Tableau en Annexe). La moyenne est calculée à la fin d'évaluation. Les résultats moyens sont présentés dans le Tableau n°8.

Après avoir le poids moyen de chaque type de déchets, il est apparu que les palmes contenant les folioles possèdent le poids le plus élevé avec un poids de 556,41 g par palme ce qui représente un taux de 46,44 % du poids totale des déchets (Figure 24), suivi par les pétioles et les régimes avec des taux de 33,9 % et 15,76 % du poids totale des déchets respectivement. En dernière position les spathes et les fibrillum avec des taux de 2,18 % et 1,72% respectivement.

Tableau 8: Poids moyen de chaque type de déchet de palmier dattier.

		Poids en gramme				
Jardin	Palmier	Palme	Pétiole	Spath	Régime	Fibrillum
Jardin N°1	Palmier N°1	501,35	397,144	23,26	180,49	20,84
	Palmier N°2	586,56	417,024	29,35	191,14	20,03
	Palmier N°3	580,33	418,686	27,57	203,16	21,93
Jardin N°2	Palmier N°4	557,37	397,1	26,75	181,49	20,11
	Palmier N°5	544,79	399,946	24,03	190,59	18,53
	Palmier N°6	538,63	386,988	28,52	185,55	20,14
Jardin N°3	Palmier N°7	527,31	385,288	26,34	180,05	19,58
	Palmier N°8	629,14	447,24	27,66	195,13	20,76
	Palmier N°9	492,58	372,504	26,90	177,72	20,74
Jardin N°4	Palmier N°10	606,00	428,23	24,72	201,67	19,01
	Palmier N°11	531,20	391,474	24,62	183,78	19,30
	Palmier N°12	630,99	459,998	28,67	198,06	23,35
Jardin N°5	Palmier N°13	559,59	411,184	24,42	194,30	20,50
	Palmier N°14	512,66	377,642	25,09	179,77	22,77
	Palmier N°15	547,58	401,892	24,26	190,07	21,01
Poids moyen (g)		556,41	406,16	26,14	188,87	20,57
Pourcentage (%)		46,44	33,90	2,18	15,76	1,72

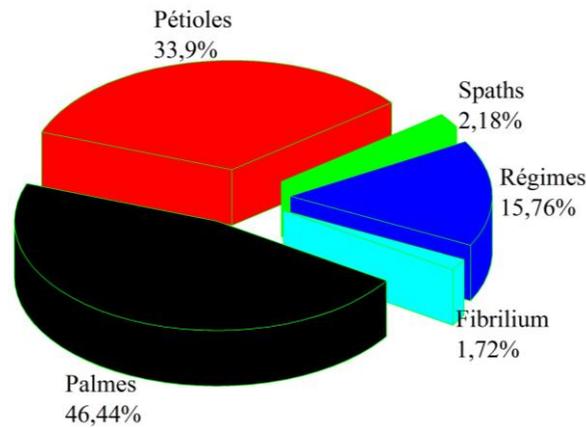


Figure 24 : Pourcentage du poids de chaque type de déchet de palmier dattier de variété *H'mira*

IV.2.2 Nombre de chaque type de déchets par palmier dattier

L'estimation du nombre moyen de chaque type de déchets par palmier dattier est basée sur les calculs directs après chaque opération de taillage annuelle pour chaque palmier sélectionné au niveau des cinq jardins choisis dans l'Oasis de village Gharmianou commune de Tammest. Les résultats sont représentés dans le tableau 9.

Tableau 9 : Nombre de chaque déchet par palmier dattier après l'opération de taillage annuelle

Jardin	Palmier	Nombre				
		Palmes	Pétioles	Spaths	Régimes	Fibrillum
Jardin N°1	Palmier N°1	10	11	4	4	3
	Palmier N°2	16	13	8	8	5
	Palmier N°3	15	13	7	7	5
Jardin N°2	Palmier N°4	13	14	6	6	6
	Palmier N°5	13	12	6	6	4
	Palmier N°6	12	13	5	5	5
Jardin N°3	Palmier N°7	12	10	6	6	3
	Palmier N°8	17	13	7	7	5
	Palmier N°9	9	11	5	5	3
Jardin N°4	Palmier N°10	16	13	9	9	5
	Palmier N°11	13	12	7	7	4
	Palmier N°12	17	16	11	11	7
Jardin N°5	Palmier N°13	14	13	5	5	5
	Palmier N°14	11	11	4	4	3
	Palmier N°15	12	13	5	5	5
Nombre moyen par palmier		13,33	12,53	6,33	6,33	4,53
Pourcentage %		30,96	29,10	14,71	14,71	10,53

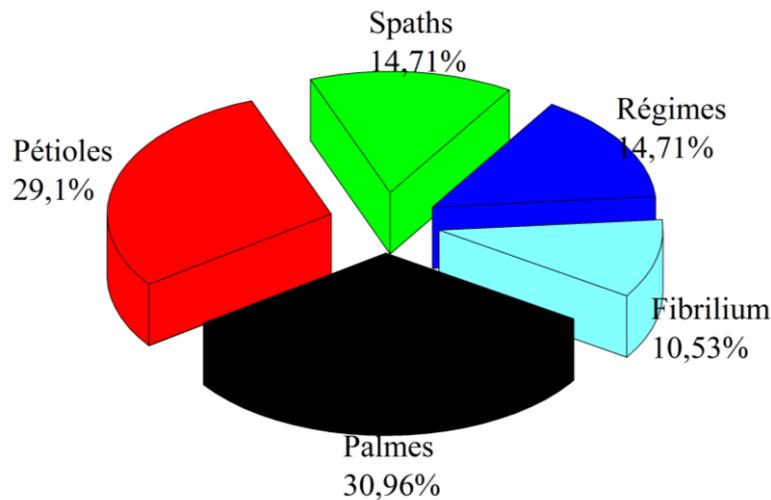


Figure 25 : Pourcentage du nombre de chaque type de déchet par palmier dattier

La Figure 25 démontre que le nombre de déchet le plus élevé est partagé entre les palmes et les pétioles avec un taux de 30,96 % et 29,10 % respectivement parmi la totalité des déchets de chaque palmier, c'est-à-dire les deux déchets représentent un taux de 60 %. Concernant les régimes et les spaths ont presque le même taux de 14,71 %, alors que le nombre des fibrillums ne représentent que 10,53 %.

IV.2.3 Poids des déchets de chaque palmier dattier

L'opération finale est le calcul du poids global des déchets de chaque palmier dattier en se basant sur le poids moyen de chaque type de déchet par palmier multiplier par le nombre de ce type de déchet par palmier (Tableau 10). Ces calculs permettent une estimation approximative du poids moyen des déchets produits annuellement par la variété *H'mira* au niveau de cinq jardins dans l'Oasis de village Gharmianou commune de Tammest wilaya d'Adrar.

Les résultats du Tableau 10 démontrent un poids de déchets qui se varie entre 9 et 20 kg par palmier dattier. Cet intervalle donne une valeur moyenne des déchets de 14 kg par palmier dattier (Tableau11) pour la variété *H'mira*.

Tableau 10 : Poids de déchets de chaque palmier dattier

		Poids en gramme					
Jardin	Palmier	Palmes	Pétioles	Spathes	Régimes	Fibrillum	Poids totale
Jardin N°1	Palmier N°1	5013,54	4368,58	93,03	721,97	62,51	10259,64
	Palmier N°2	9385,02	5421,31	234,77	1529,14	100,13	16670,37
	Palmier N°3	8704,92	5442,92	192,98	1422,15	109,64	15872,60
Jardin N°2	Palmier N°4	7245,78	5559,40	160,48	1088,96	120,64	14175,26
	Palmier N°5	7082,32	4799,35	144,16	1143,56	74,10	13243,50
	Palmier N°6	6463,58	5030,84	142,60	927,74	100,70	12665,47
Jardin N°3	Palmier N°7	6327,70	3852,88	158,06	1080,30	58,73	11477,67
	Palmier N°8	10695,38	5814,12	193,59	1365,94	103,78	18172,81
	Palmier N°9	4433,22	4097,54	134,50	888,60	62,23	9616,10
Jardin N°4	Palmier N°10	9696,03	5566,99	222,44	1815,07	95,03	17395,55
	Palmier N°11	6905,57	4697,69	172,35	1286,45	77,21	13139,27
	Palmier N°12	10726,80	7359,97	315,37	2178,64	163,45	20744,22
Jardin N°5	Palmier N°13	7834,32	5345,39	122,08	971,48	102,48	14375,75
	Palmier N°14	5639,26	4154,06	100,35	719,10	68,30	10681,07
	Palmier N°15	6570,94	5224,60	121,29	950,33	105,04	12972,19

Tableau 11 : Poids moyen des déchets des palmiers dattiers

Jardin	Palmes	Pétioles	Spathes	Régimes	Fibrillum	Poids totale
Poids moyen (g)	7514,96	5115,71	167,20	1205,96	93,60	14097,43
Pourcentage (%)	53,31	36,29	1,19	8,55	0,66	100%

La Figure 26 démontre que les deux types de déchets les plus dominant sont les palmes et les pétioles avec un taux 53,31 % et 36,29% respectivement. Ces poids représentent 89,6 % de la totalité de déchet de palmier dattier. Les déchets qui restent ne représentent que 10,4 % avec 8,55 % pour les régimes seulement, donc le taux des spathes et fibrillum est négligeable presque.

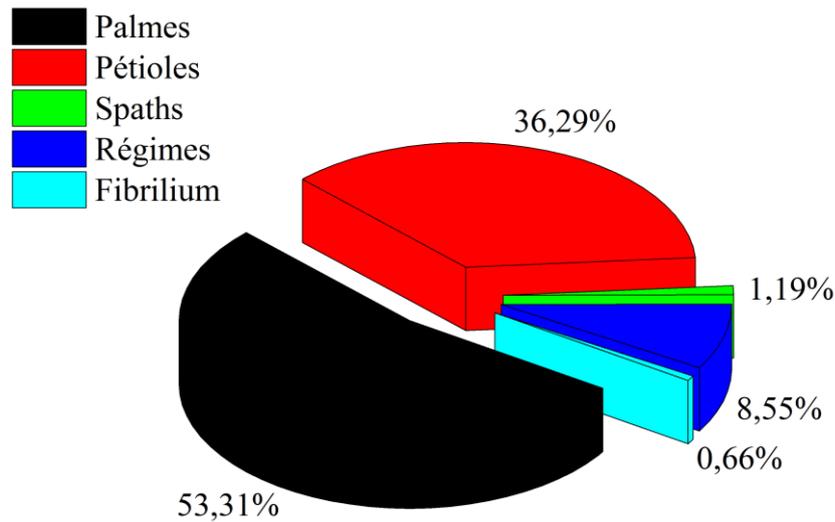


Figure 26 : Pourcentage du poids moyen des déchets des palmiers dattiers

Grace à la quantité importante des palmes (contenant foliole) parmi tous les types des déchets, le choix du substrat de la présente étude était sur les folioles sèche de palmier dattier de la variété *H'mira*.

IV.2.3.1 Evaluation du poids des déchets généré par la variété de *H'mira* dans la région d'Adrar

La variété *H'mira* de la région d'Adrar est considérée comme la variété la plus dominante avec un nombre de 1.626.450 palmiers soit un taux de 42.81% de nombre totale des palmiers dattiers de la région (DSA, 2019).

Selon le nombre moyen des palmes sèche estimé de 13,33 palmes/palmier/année, au niveau de l'oasis de village Gharmianou commune de Tammest wilaya d'Adrar, le nombre total des palmes sèche produits annuellement dans la wilaya d'Adrar est estimé approximativement de 21,68 millions palme génèrent une quantité annuelle de déchet de 12.063,20 tonnes de palmes sèches

Selon le poids moyen des déchets estimé de 14,09 kg/palmier/année au niveau de l'oasis de village Gharmianou commune de Tammest wilaya d'Adrar, le poids des déchets produits annuellement par la variété *H'mira* dans la Wilaya d'Adrar est approximativement estimé de **22.916,68** tonnes de déchet.

IV.2.4 Caractéristiques du substrat de la présente étude (folioles sèches)

Les caractéristiques des folioles sèches de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) Algérien du variété « *H'mira* » sont indiquées dans le (Tableau 12).

Tableau 12 : tableau comparatif des caractéristiques des folioles séchées de palmier dattier Algérien (*Phoenix dactylifera* L.) de variété *H'mira* avec d'autres variétés

Paramètre	Cette étude	(Saadaoui et al., 2013)	(Nasser et al., 2016)
Matière sèche (MS%)	95.10±0.2	93.7 ± 0.5	ND
Matière organique (MO%)	86.48±0.2	ND	ND
MO/MS (%)	90.93±0.2	-	-
Protéine (MS%)	4.12±0.3	9.7 ± 0.3	ND
Lipides (MS%)	3.82 ±0.02	6.8 ± 0.7	ND
Lignine (MS%)	25.63±8.19	11.6 ± 1.3	36,73
Cellulose (MS%)	38.15±5	29.7 ± 1.3	47,14
Hémicelluloses (MS%)	27.20±6	23.3 ± 1.2	16,13
LCH (MS%)	90.98±19.19	64.6 ± 3.8	100

ND: Non Déterminé; **LCH** = lignine + cellulose + hémicellulose

Les folioles sèches contiennent 95% de matières sèches sur la base du poids humide de la biomasse des folioles sèches et 86% de matières organiques sur la base de poids sec de la biomasse des folioles sèches. Ces résultats sont meilleurs que ceux rapportés par des études antérieures (El may et al., 2013),(Bousdira et al., 2014) qui ont trouvé seulement 68% de MO. Le rapport MO/MS est de 90%. Ce rapport élevé montre que la matière organique est prédominante sur les composants solides, ce qui est mieux pour la production de méthane (Qiao et al., 2011). En outre, l'analyse de la composition lignocellulosique des palmes sèches a donné 25,63% de lignine à 38,15% de cellulose et 27,20% d'hémicellulose, donc 90,98% de LCH (lignine, cellulose, hémicelluloses), ce qui est conforme à la littérature (Sbiai et al., 2011). Cette composition prouve que le substrat étudié est un matériau lignocellulosique typique. D'autre part, le contenu de la somme de LCH de 90,98% est nettement supérieur aux folioles sèches du palmier dattier marocain qui est de 64,6% seulement (Saadaoui et al., 2013). Ce qui indique que les caractéristiques varient d'une manière significative entre les différentes variétés de palmiers dattiers. La composition restante est constituée de 9,02% représentant d'autres composants (minéraux, gras et protéiques) sur la base du poids sec des folioles sèches.

IV.2.5 Évaluation de la capacité théorique de production de bio-méthane à partir des folioles Algérien en comparaison avec celle tunisien.

Pour évaluer la capacité de production en biogaz du substrat il faut calculer le rendement théorique en méthane (RTM) à travers sa composition élémentaire. Le rendement en méthane théorique (RTM) donne une idée de la capacité de production de bio-méthane du substrat. Pour calculer le (RTM), l'Eq. de Buswell est utilisée (Eq. (40) et (41)). Le (Tableau 13) montre le calcul de (RTM) de quatre variétés différentes. La valeur de (RTM) calculée à partir des folioles de palmier dattier Algérien de la variétés *H'mira* (présente étude) est 492 ml CH₄/g MO est proche de celle obtenu à partir des folioles des autres palmiers dattiers Algérienne (Deglet Nour (DN) 534 ml CH₄/g MO et Ghars (GH)) 499 ml CH₄/g MO (Bousdira et al., 2014) ainsi que de celles Tunisienne de l'oasis de Tozeur avec 510 ml CH₄/g MO (El may et al., 2012).

Tableau 13: Le rendement théorique en méthane et les compositions élémentaires des folioles du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) de la variétés *H'mira* en comparaison avec deux variétés Algériennes et une variété Tunisienne.

Variété	C %	H %	O %	N %	RTM (ml CH ₄ /g MO)	Ref.
<i>H'mira</i> (Algérie)	40,24	5,33	34,58	0,87	492	Cette étude
DN (Algérie)	44,74	5,93	35,22	0,172	534	(Bousdira et al., 2014)
GH (Algérie)	48,99	6,27	41,66	0,33	499	(Bousdira et al., 2014)
FT (Tunisie)	40,8	6	35,2	0,63	510	(El may et al., 2012)

DN: Deglet Nour; GH: Ghars; FT: foliole de palmier dattier de variété tunisien de Oasis Tozeur; RTM: rendement théorique en méthane

Ces valeurs indiquent une capacité potentielle élevée en méthane de ce type de substrat qui est due à la composition du substrat. Celui-ci est principalement composé de carbohydrates structurels (polysaccharides). La décomposition de ces polysaccharides donne des composants simples tels que le glucose, le mannose, le galactose, le xylose et l'arabinose (Ulises et al., 2019). De plus, la quantité des lipides et de protéines a augmenté considérablement la production de méthane (Long et al., 2015). L'exploitation de cette quantité importante en méthane à partir des folioles de la variété *H'mira* dans la région d'Adrar seulement peut contribuer directement à la stratégie d'énergie renouvelable du pays avec une capacité de 6 millions de m³ de CH₄ par an, tout en contribuant à protéger l'environnement en réduisant les déchets.

IV.3 Etude de la digestion anaérobie des folioles dans des digesteurs de type batch

Cette partie commence par l'étude de la digestion anaérobie de substrat (folioles) sans prétraitement chimique avec uniquement un broyage afin d'identifier l'effet du prétraitement chimique à base de NaOH appliqué ultérieurement dans la deuxième expérience avec trois concentrations à savoir 6%, 12% et 18%.

IV.3.1 La digestion anaérobie des folioles sans prétraitement chimique

IV.3.1.1 Le rendement en méthane (REM)

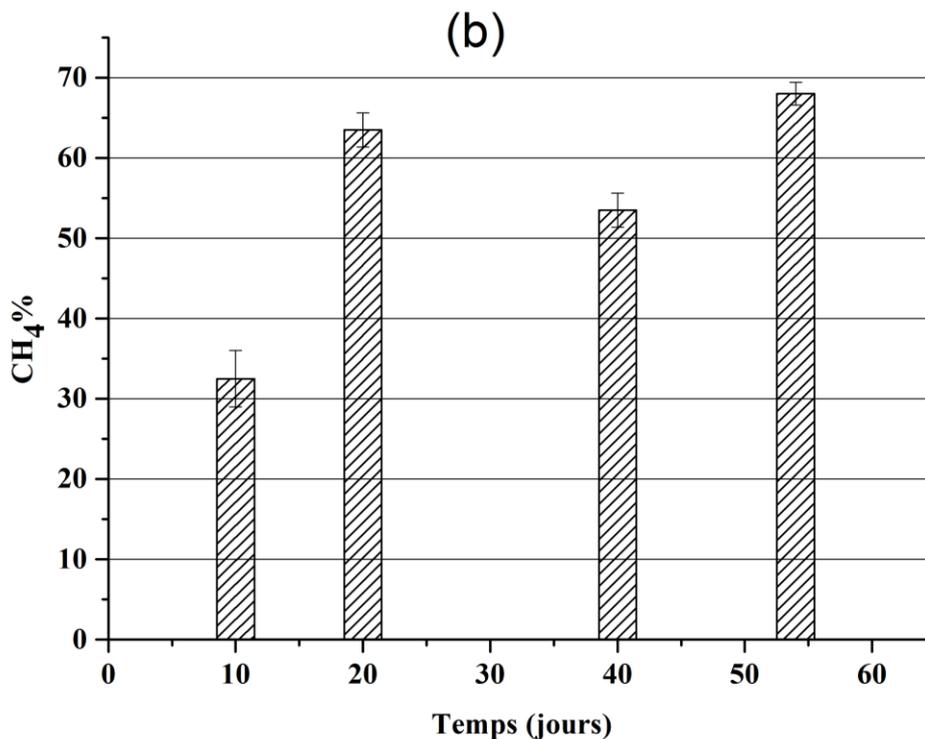
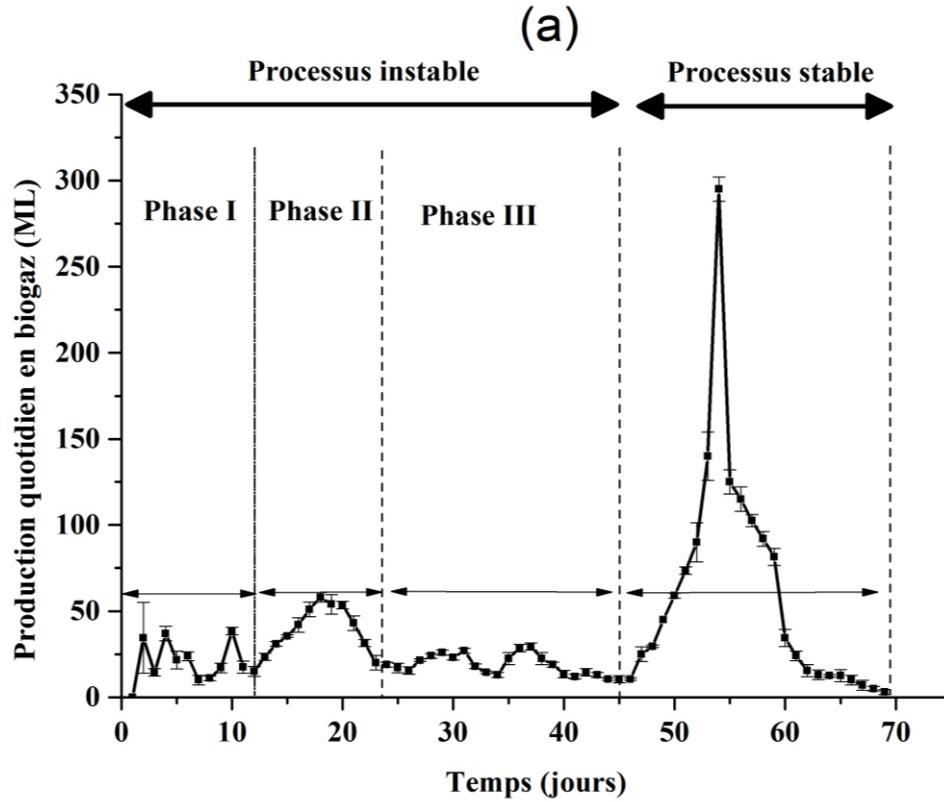
Pour objectif de connaître la cinétique de production de biogaz de ce type de substrat, le processus de production de biogaz a été suivi, comme indiqué sur la Figure 27. À partir de la Figure 27a, deux processus importants (stables et instables) ont été enregistrés. Le processus instable a été commencé dès le début jusqu'au 45^{ème} jour, alors que le processus stable avait débuté le 46^{ème} jour jusqu'à la fin de l'expérience.

Par ailleurs, pour les processus instables, trois phases ont été citées. La première dès le début jusqu'au douzième jour, la deuxième du 13 au 23^{ème} jour, la troisième du 24 au 45^{ème} jour. Durant la première phase, la production de biogaz était faible et fluctuait entre 23 et 38 ml / jour au premier stade (hydrolyse et acidogénèse). En outre, la teneur en méthane dans le biogaz pendant cette période était inférieure à 32,5%, comme le montre la Figure 27 b. Dans les travaux de (Kang et al., 2019) ont rapportés que les petites particules favorisent l'attaque microbienne par l'augmentation de la surface accessible ainsi que la porosité des particules et entraînent par conséquent une solubilité et une dégradabilité élevées du substrat. Tous ces facteurs peuvent être conduits à l'accumulation des AGV et par conséquent l'abaissement de la quantité de biogaz produit pendant cette période, qui ne dépasse pas 241 ml. Au cours de la deuxième phase, la production de biogaz avait augmenté jusqu'à 443 ml durant cette période soit une production de 15 à 60 ml / jour. La teneur en méthane dans le biogaz aussi dépassait les 60%. Dans le même contexte, des études similaires signalent que l'augmentation de la production de biogaz résultait de l'activité microbienne élevée qui convertissait l'acétate produit au cours de la première étape en méthane (Brown et Li, 2013). Ces résultats suggèrent que le digesteur fonctionne favorablement (processus stables) durant cette étape (13-23 jours).

En troisième phase, la production de biogaz a encore diminué et est restée entre 10 et 30 ml / jour. La teneur en méthane dans le biogaz est également diminuée et chute inférieure à 53,5%. Donc, un nouveau processus instable a été enregistré qui affecte la production de biogaz légèrement pour ce diminuer à 414,5 ml.

Ces trois premières phases se sont déroulées au cours du grand processus instable. La

production accumulative de biogaz au cours du processus instable (Figure 27c) a montré que la production de biogaz était faible et ne dépassait pas les 1,1 L. L'instabilité du processus est expliquée par la structure cristalline et thermorésistante du substrat lignocellulosique. Les mêmes résultats ont été rapportés par (Girolamo et al., 2013).



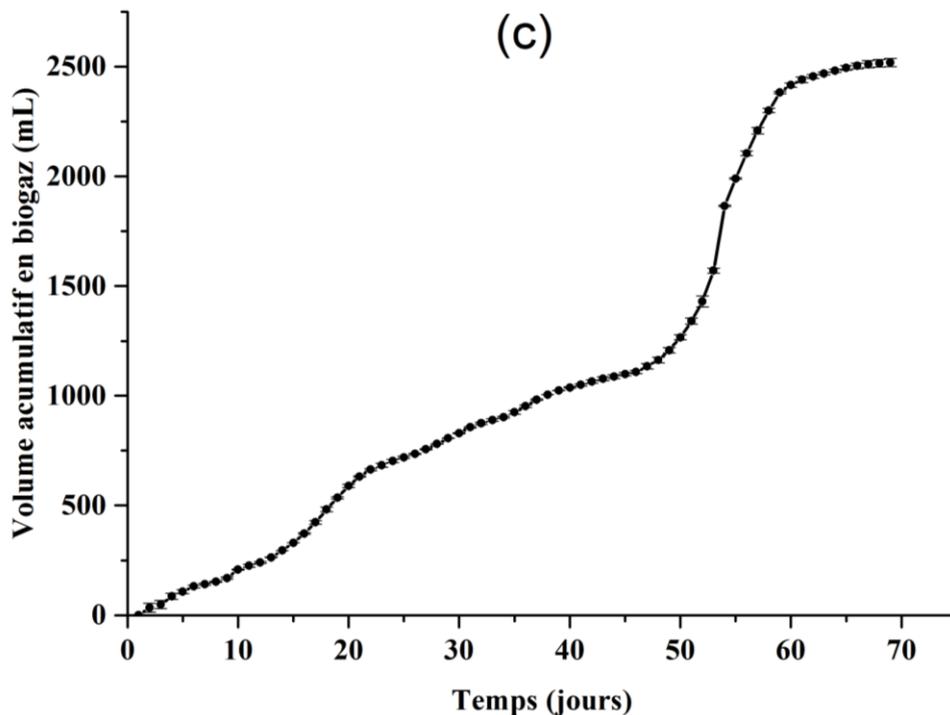


Figure 27: a), production quotidienne de biogaz; b) teneur en méthane dans le biogaz (%); C), production accumulative de biogaz durant la DA des folioles sans prétraitement

Au cours du processus de stabilisation, la production de biogaz a augmenté de manière significative, atteignant une valeur maximale de 300 ml / j le cinquante-deuxième jour, avec un pourcentage de méthane qui atteint 68%. Cette augmentation est expliquée par la consommation des AGV par les bactéries méthanogènes et leur conversion en d'autres métabolites, tels que le CH_4 comme il est noté par (Aarle et al., 2015) (Song et al., 2005).

Après cela, le biogaz a diminué jusqu'à ce qu'il devienne nul à la fin de la digestion le soixante-dixième jour. Il est à noter que la majorité du rendement en biogaz a été générée pendant cette période. La production accumulative de biogaz au cours du processus stable (Figure 15 c) était très élevée et a atteint 1420 ml. À la fin de l'expérience, la production totale de biogaz testée a atteint $2.518,47 \pm 19$ ml. Le rendement final en biogaz et en méthane à partir de ce substrat est estimé de 197 ± 6 ml / g de MO et 130 ± 6 ml / g de MO respectivement.

IV.3.1.2 Biodégradabilité à partir de la DCO durant la DA des folioles

Pour évaluer la biodégradabilité du substrat, les principaux paramètres mesurés étaient la DCO, le rapport entre le rendement expérimental et le rendement théorique en méthane et la réduction de la teneur en matières volatiles. La DCO représente l'énergie chimique maximale présente dans la matière première, ainsi que les matières dégradables par les micro-organismes anaérobies (Wellinger et al., 2013). De plus, la DCO donne une idée de la cinétique de

biodégradabilité.

Selon le graphique d'évolution de la DCO (Figure 28), le phénomène de stabilisation et déstabilisation du processus est aussi bien évident. Dès le début de la digestion anaérobie jusqu'au seizième jour (processus instables), la DCO est passée de 1500 mg O₂ / L à 6400 mg O₂ / L avec une faible production du biogaz. Ce qui suggère que les fractions facilement biodégradables représentées par de petites particules de biomasse lignocellulosique ont été dégradées. Dans les études de (Rubia et al., 2011) aussi ont rapporté que les petites particules favorisent l'attaque microbienne et entraînent par conséquent une solubilité et une dégradabilité élevées du substrat.

Du dix-septième au vingt-troisième jour, la DCO est passée de 6400 à 3500 mg O₂ / L, ce qui est équivalent à 45,31% d'élimination de la DCO. Pendant cette période, il y a une légère production de biogaz qui est due à la bioconversion de partie biodégradée précédemment (processus stables).

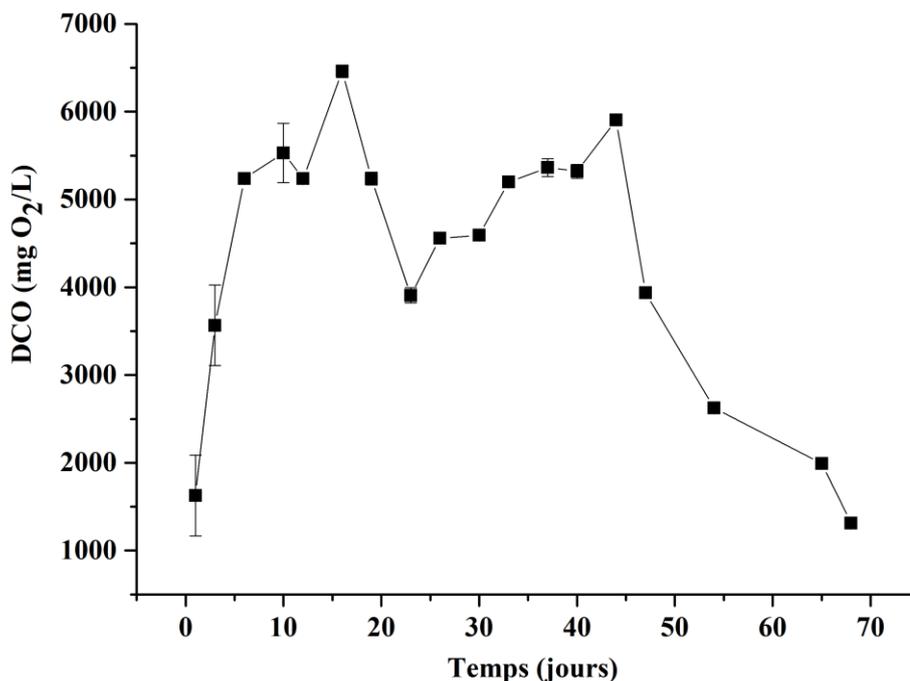


Figure 28: Évolution de la demande chimique en oxygène (DCO) en fonction du temps durant la DA des folioles en utilisant un prétraitement physique.

Du vingt-quatrième au quarante-quatrième jour, il y a eu une nouvelle augmentation de la DCO de 3.500 mg O₂ / L à 5.800 mg O₂ / L due à la biodégradation progressive des particules difficilement biodégradable en matières organiques solubles ce qui conduit à une diminution significative du rendement en biogaz (processus instables). Les mêmes constatations ont été

reportées par (Zuo et al., 2020). Conformément aux graphes de la production du biogaz, Ces trois premières phases correspondent au grand processus instable

A partir du quarante-cinquième jour, la DCO chute continuellement jusqu'à la fin du processus, atteignant sa valeur minimale de 1.300 mg O₂ / L. Au cours de cette étape, une élimination plus élevée de la DCO a été obtenue avec une valeur de 77,58%. La quantité d'élimination de la DCO a été convertie en une production importante de biogaz ce qui correspond au processus stable. Ce phénomène a également été rapporté par (Begum et al., 2018).

En ce qui concerne la relation entre le rendement théorique et le rendement expérimental en méthane, une biodégradabilité de 25% a été enregistrée, alors que pour la réduction de la matière organique, la biodégradabilité est estimée de 29%.

IV.3.1.3 Cinétique de la digestion anaérobie

La Figure 29a montre l'évolution du rapport AGV/TAC en fonction du temps. Ce rapport est un paramètre clé qui permet de déterminer la cinétique de digestion anaérobie représentée par la stabilité du processus et le risque d'acidification (Liew et al., 2012). Au cours des dix premiers jours, il y a eu une diminution puis une augmentation du rapport AGV/TAC de 1,02 à 1,17. Tous ces valeurs du rapport VFA / TAC sont supérieures à 0,5 ce qui permet de confirmer le déséquilibre du digesteur (processus instable) durant cette période (0-12 jours). Ces mêmes observations sont citées par (Nkemka et Murto, 2013).

Du dixième au vingtième jour, une diminution significative du rapport AGV/TAC de 1,17 à 0,36 a été remarquée, accompagnée d'une légère augmentation du rendement en biogaz composé principalement de méthane. Cette diminution plus forte du rapport AGV/TAC indique que le processus est stable durant cette période.

Le rapport AGV/TAC a légèrement augmenté du vingtième au quarante-cinquième jour, passant de 0,36 à 0,55. Simultanément, une diminution de la production de biogaz a été enregistrée en raison du processus instable à ce stade.

Conformément aux paramètres précédents (production du biogaz et DCO), Ces trois premières phases correspondent au grand processus instable.

Après le quarante-cinquième jour, le rapport AGV/TAC a diminué jusqu'à la fin de la digestion avec des valeurs comprises entre 0,44 et 0,29. Ces valeurs démontrent un bon fonctionnement du digesteur avec une stabilité du processus pendant cette période. Au cours de cette période, une production de biogaz significative est observée, similairement aux résultats obtenus par (Mussoline et al., 2013).

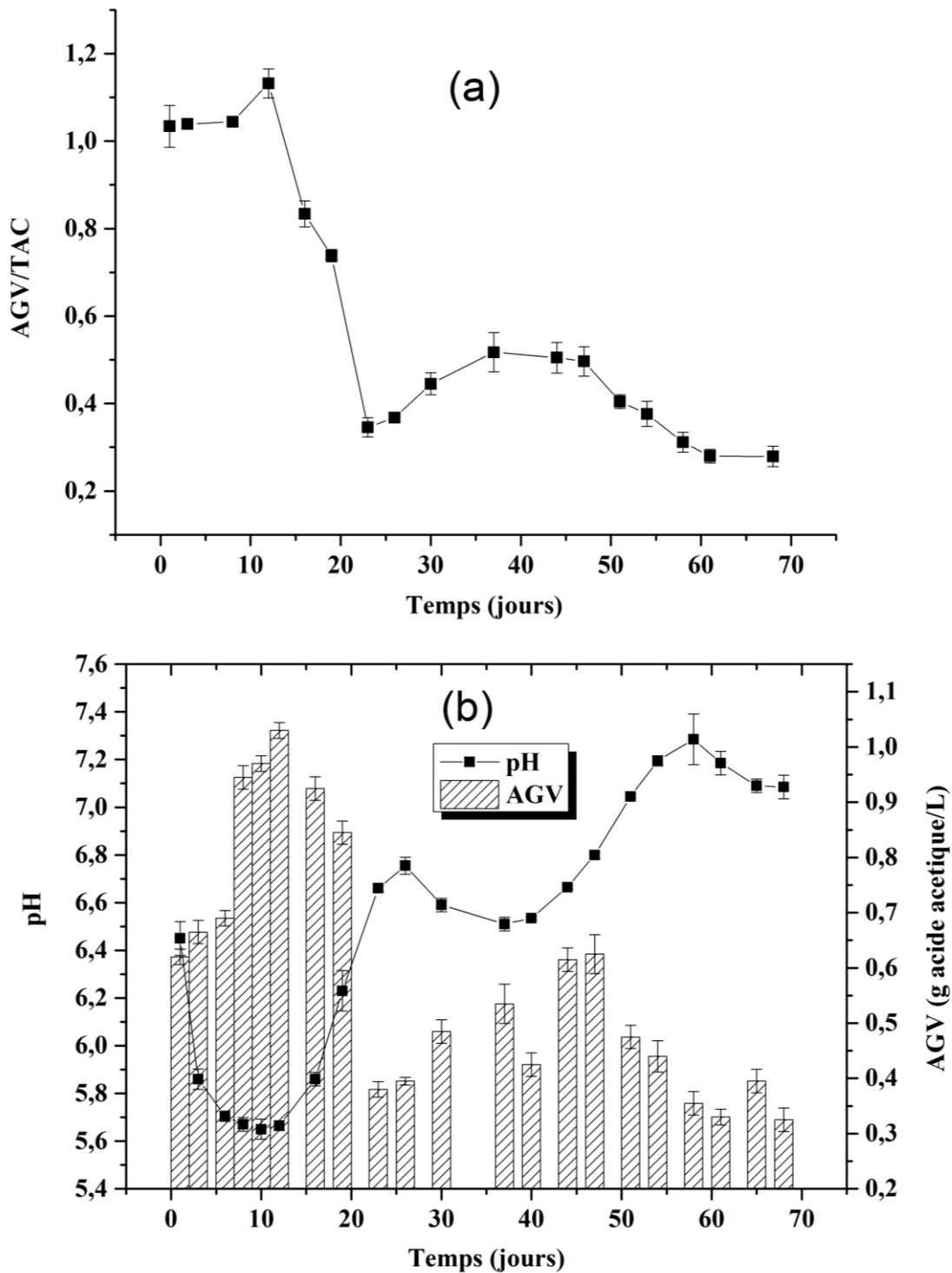


Figure 29: (a), variation AGV/TAC au cours du temps ; (b), corrélation du pH et AGV ; (c), variation de TAC pendant le temps durant la DA des folioles en utilisant un prétraitement physique

Pour plus d'explication de la stabilité du processus et confirmer le risque d'acidification, la surveillance du pH et des AGV est importante aussi. Comme le montre la Figure 29b, pendant les dix premiers jours, le pH a commencé à diminuer de 6,5 à 5,62 tandis que les AGV sont fortement augmentés de 0,6 à 1,05 g d'acide acétique/L. Cela peut s'expliquer par l'effet de la réduction de la taille des particules qui accélèrent la digestion anaérobie, entraînant une accumulation rapide d'acides gras volatils qui provoquent une chute du pH (hydrolyse et acidogénèse). (Izumi et al., 2010) et (Mussoline et al., 2013) ont également observé que la réduction de la taille du substrat entraîne une accumulation des AGV.

Au vingt-sixième jour, une augmentation du pH jusqu'à une valeur de 6,76 a été enregistré. L'augmentation du pH était accompagnée d'une diminution des AGV de 1,05 à 0,35 et d'une légère augmentation du rendement quotidien en biogaz en raison de la consommation d'AGV. Cette valeur de pH (6,76) est presque optimale pour les bactéries méthanogènes (Gu et al., 2014). L'augmentation du pH et la diminution des AGV sont dues au pouvoir tampon du milieu. Les mêmes remarques ont été rapportées par (Wellinger et al., 2013).

Au trente-huitième jour, le pH a légèrement diminué à 6,47. Il y avait également une légère augmentation de VFA de 0,35 à 0,6 g d'acide acétique / L. Cela est expliqué par la nouvelle production des acides gras, due à la dégradation des grosses particules (processus instable). Le même effet a été rapporté par (Rubia et al., 2011).

Toutes ces explications confirment les interprétations des paramètres précédents (production du biogaz, DCO et rapport AGV/TAC), que ces trois premières phases correspondent au grand processus instable.

Dès le quarantième jour, une augmentation significative du pH est constatée. Malgré les AGV produits, une valeur de pH 7,29 a été atteinte au cinquante-cinquième jour. Cela est expliqué par la nature du substrat qui donne un pouvoir tampon élevé au milieu. (Arij et al., 2018) trouvent que les digesteurs peuvent accueillir des teneurs élevées en AGV lorsque sa teneur en alcalinité est élevée sans problème majeur. A la fin, le pH est devenu neutre (pH = 7,03), ce qui est la plage optimale pour les bactéries méthanogènes (Gerardi, 2003). La diminution des AGV indique leur consommation par les bactéries méthanogènes et leur conversion en d'autres métabolites, tels que le CH₄ (Aarle et al., 2015) (Song et al., 2005).

Parallèlement, la valeur de TAC (Figure 29c) a été augmenté continuellement dès le début jusqu'au quarante-cinquième jour, de 0,6 à 1,2 g CaCO₃/L (processus instable). Après cela la valeur de TAC est stabilisée jusqu'à la fin de digestion. (Turovskiy et Mathai, 2006) ont indiqué que l'alcalinité était accrue en raison de l'activité bactérienne méthanogène, qui peut produire de l'alcalinité sous forme de dioxyde de Carbone, d'Ammoniac et de bicarbonate.

IV.3.2 La digestion anaérobie des folioles avec un prétraitement chimique

Après avoir étudié la DA du substrat seul sans prétraitement chimique. La principale lacune enregistrée est celle de la prolongation de la période d'instabilité du processus de DA résultante de la structure récalcitrante de substrat ce qui démontre que le prétraitement physique seul n'est pas suffisant. Cette partie est consacrée à l'examen de l'effet du prétraitement à base de NaOH en utilisant des différentes concentrations (6%, 12% et 18%) sur la digestion anaérobie de substrat (folioles sèches) dans des digesteurs de type batch afin de maîtriser et étudier en détail la technique de prétraitement chimique de point de vue biodégradabilité, temps de rétention et production en biogaz pour la préparation de leur application au niveau des digesteurs de type continus.

IV.3.2.1 Prétraitement alcalin.

Dans la présente étude, la concentration de NaOH est supérieure à la plage de prétraitement dans la littérature qui est de (0-10% p/p) car les folioles sèches du palmier dattier du variété « *H'mira* » ont un rapport lignine/cellulose élevé ce qui influe négativement sur la biodégradabilité (Chen et al., 2014). Aussi, la teneur élevée de lignine qui rend la dégradation très difficile et provoque une protection structurelle supplémentaire (Luque et al., 2016). En outre, l'extraction de l'holocellulose nécessite une concentration de 17,5% de NaOH pendant 2 h à 25 °C (Mogni et al., 2015). Pour ces raisons, la concentration de NaOH a été augmenté au-delà de 10% jusqu'à 18% durant cette étude.

Les valeurs de pH et de la DCO avant et après le prétraitement sont utilisées pour évaluer la solubilisation de la matière organique des folioles sèches au cours du processus de prétraitement alcalin à base de NaOH. Les changements de la DCO et du pH des folioles sèches non traitées et prétraitées du palmier dattier sont présentés dans les (Figure 30 et 31) respectivement.

Le premier paramètre qui indique l'hydrolyse est la DCO. Selon la Figure 30, dès le début et juste après l'ajout des solutions de prétraitement, les valeurs de la DCO initiales varient de 24400 à 40500 mg O₂/l, soit une augmentation de 7,14%, 37,5% et 66,07% par rapport à la DCO initiale de l'échantillon témoin pour les substrats prétraités par les concentrations de NaOH de 6%, 12% et 18% respectivement (Figure 32). La DCO initiale a augmenté avec l'augmentation de la concentration de NaOH.

Une étude similaire, confirme que pendant le prétraitement, la production élevée de DCO est en concordance avec les fortes concentrations d'hydroxyde de sodium (Bala et al., 2019). Ces augmentations des valeurs de la DCO indiquent que la solubilisation des folioles

sèches est très élevée au début du prétraitement grâce à la libération et à la dissolution de substances organiques facilement biodégradables. En outre, la plus petite taille de particule peut également augmenter la surface disponible pour fournir plus de contact avec la solution de NaOH.

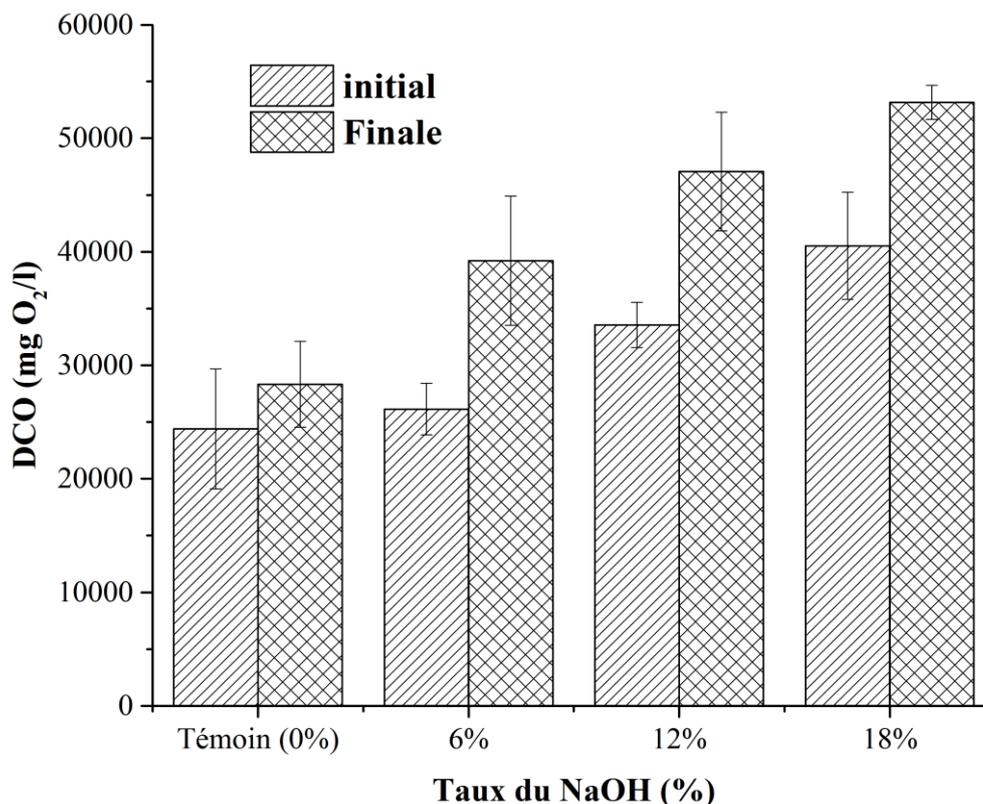


Figure 30: Valeurs de DCO au début et à la fin de prétraitement alcalin des folioles sèches.

Après cinq jours de prétraitement, l'augmentation de la DCO finale des substrats prétraités, par rapport à la DCO finale du témoin, est aussi relative à la concentration de NaOH où la solubilisation de la DCO a augmenté avec l'augmentation de la concentration de NaOH. En effet, les substrats prétraités par les concentrations de NaOH allant de 6%, 12% à 18% correspondent aux dissolutions de la DCO de 34,46%, 66,15% et 87,69% respectivement. La libération et la dissolution de grosses molécules organiques (cellulose et l'hémicellulose) à partir des particules de folioles sèches lors de l'application de concentrations élevées de NaOH produit de fortes valeurs de la DCO finales. Cette constatation est confirmée par une autre étude qui a montré que pendant le prétraitement alcalin de la tige d'asperge, de 2 à 10% (p/p) de NaOH, montre une dégradation importante de LCH de 8,6% à 18,6 % est enregistrée à la fin de l'hydrolyse produisant d'autres composants solubles favorisant l'augmentation de la DCO finale (Chen et al., 2014). Les composants solubles résultent de l'hydrolyse de la cellulose qui produit la cellobiose (glucose disaccharide), et l'hémicellulose qui produit les pentoses (xylose

et arabinose), les hexoses (glucose, galactose, mannose et / ou rhamnose) et les acides uronique (Neves et al., 2006), alors que la lignine est le sous-produit du processus qui peut être utilisé comme combustibles solides pour le chauffage (Luque et al., 2016).

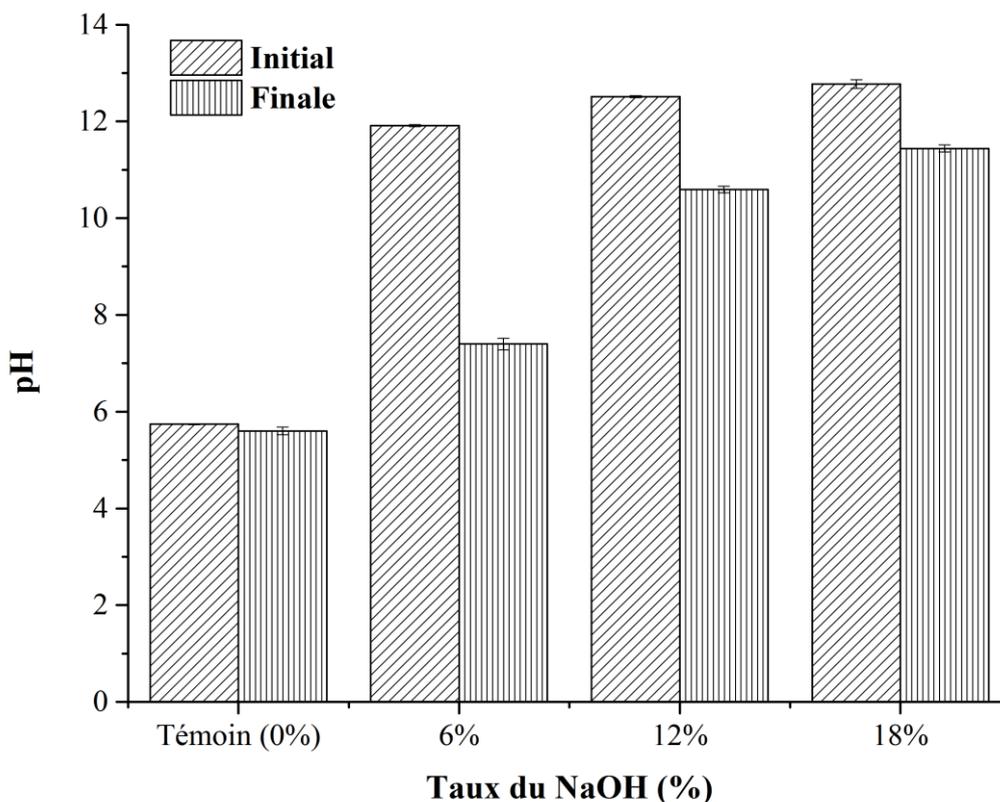


Figure 31 : Valeurs du pH au début et à la fin de prétraitement alcalin des folioles sèches

Le deuxième paramètre qui indique l'hydrolyse du substrat est la variation du pH qui commence par des valeurs supérieures à 11,9 pour les substrats prétraités, alors que pour le substrat non traité le pH est de 5,74 (Figure 31). La diminution du pH à la fin du prétraitement jusqu'à 7,04 pour le substrat avec la concentration de 6% de NaOH, est un indicateur de consommation du NaOH qui réagit avec le substrat pour détruire la lignine et l'hémicellulose (Chen et al., 2014). D'autres auteurs citent que la production des acides et des alcools après l'hydrolyse du substrat est responsable de la chute du pH (Chandra et al., 2012b). Concernant les substrats prétraités par les fortes concentrations de 12% et 18% de NaOH, la diminution du pH des folioles sèches est très limitée, il est de 10,59 et 11,4 respectivement. Ces valeurs du pH indiquent que la réaction de la solution de NaOH avec les composants de folioles sèches est terminée (saturation du substrat). Mais la consommation de NaOH par le substrat prétraité avec la concentration de 12% de NaOH est supérieure à celle de substrat prétraité par 18% de NaOH. Il y a respectivement 15,38% et 10,41% de diminution du pH (Figure 32).

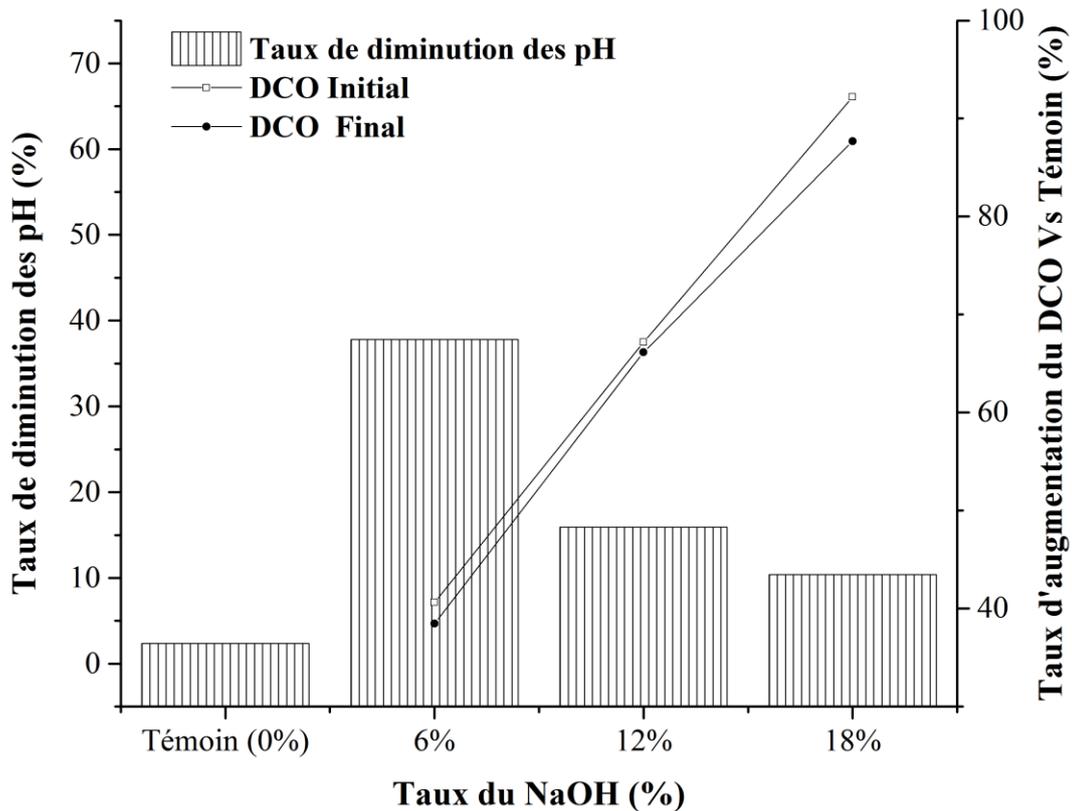


Figure 32: Le taux de diminution du pH à la fin du prétraitement et le taux d'augmentation de DCO par rapport au témoin au début et à la fin du prétraitement alcalin des folioles sèches

Cela permet de conclure que le substrat prétraité par la concentration de 18% de NaOH entraîne une sursaturation du substrat. Les fortes concentrations des solutions alcalines entraînent une diminution de la résistance à la traction des fibres (AlMaadeed et al., 2013). Concernant l'échantillon témoin, le pH ne change pas et reste au voisinage de 5,6.

IV.3.2.2 Biodégradabilité et cinétique de digestion anaérobie

La biodégradabilité du substrat peut être estimée à partir de l'élimination de la DCO et de la réduction de la matière organique MO après la digestion anaérobie. Les valeurs d'élimination de la DCO et de la réduction de la MO après DA sont indiquées dans les (Figures 33 et 34) respectivement.

Selon la Figure 33, les valeurs élevées de la DCO initiales dans tous les digesteurs, qui passent de 6.309 à 11.135 mg O₂/L, indiquent la forte solubilisation et la décomposition des folioles sèches après le prétraitement alcalin.

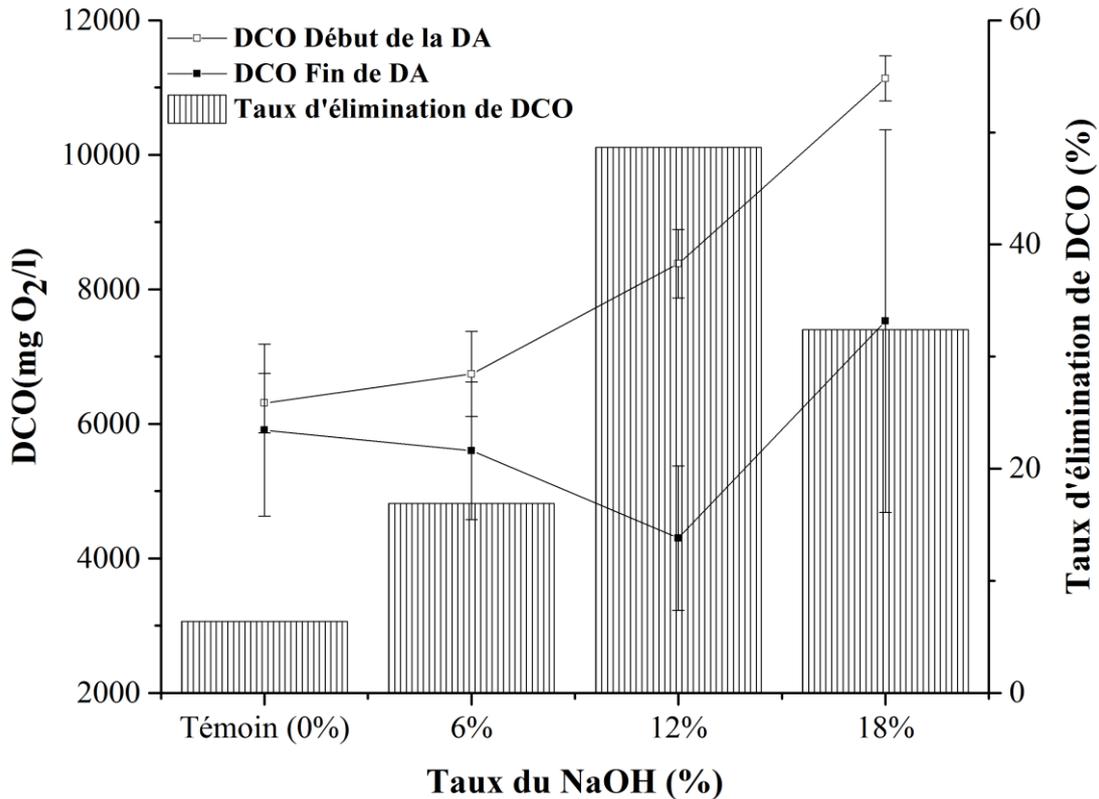


Figure 33: La DCO au début et à la fin de DA avec le taux d'élimination de la DCO durant la DA de folioles de la variété *H'mira*

La forte diminution de la DCO après DA dans tous les digesteurs est principalement due à la consommation des métabolites solubles. L'élimination plus élevée de la DCO est obtenue avec le substrat prétraité avec 12% de NaOH avec 48,64% d'élimination. Cela entraîne une production de méthane élevée à partir de ce digesteur. Les deux autres digesteurs prétraités avec les concentrations de 6% et 18% donnent une élimination de la DCO de 16,91% et 32,41% respectivement. L'efficacité d'élimination de la DCO la plus faible est observée dans le digesteur témoin avec seulement 6,39%. L'élimination de la DCO est fortement corrélée au rendement en méthane. Les mêmes constatations sont rapportées par (Chen et al., 2017).

Concernant la réduction de la MO (Figure 34), elle augmente lorsque la concentration de NaOH augmente. Les digesteurs prétraités avec des concentrations de NaOH de 6%, 12% et 18%, les réductions de la MO sont respectivement de 14,61%, 34,73% et 54,85%. Il est constaté que les folioles sèches prétraitées au NaOH ont obtenu des réductions de MO supérieures à celles non traitées. Des résultats similaires démontrent que la réduction de MO augmente lorsque la concentration de NaOH augmente (Zhu et al., 2010).

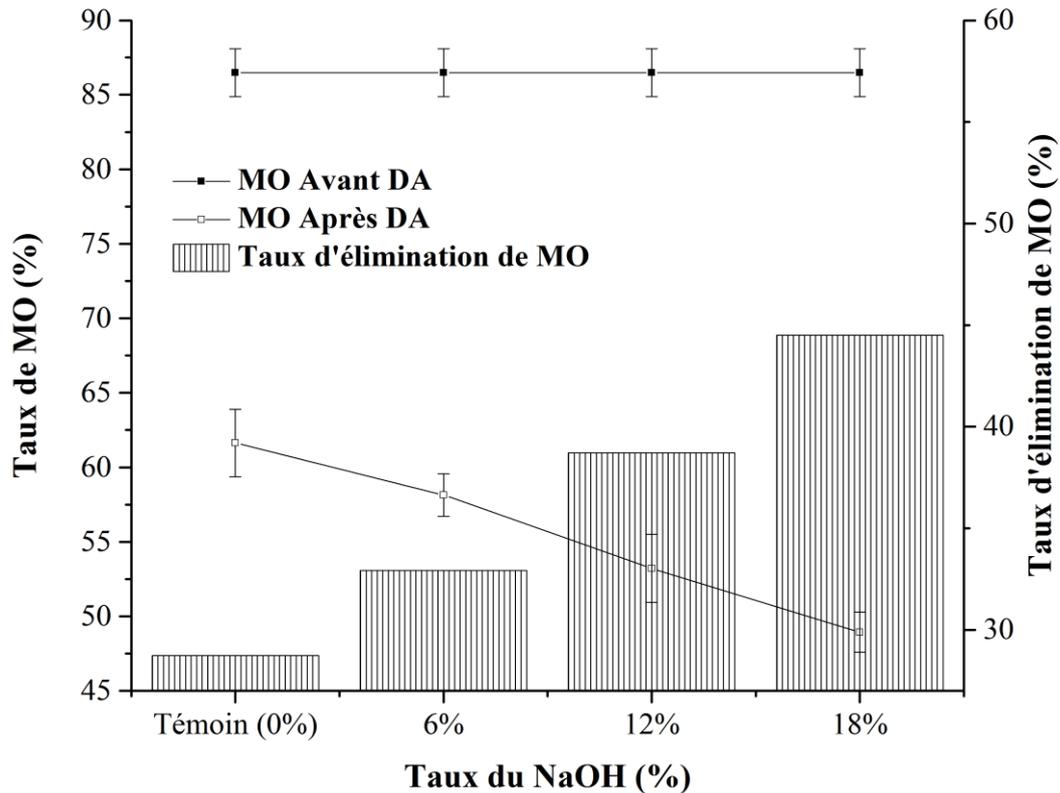


Figure 34: La MO au début et à la fin de DA avec le taux d'élimination de la MO durant la DA de folioles de la variété *H'mira*

La réduction élevée de la MO dans le digesteur prétraité par la concentration de 18% de NaOH indique que la partie dégradée du substrat est supérieure à la partie convertie en méthane. C'est-à-dire la concentration élevée en hydroxyde de sodium inhibe la digestion anaérobie. Les mêmes remarques ont été citées par (Yunqin et al., 2009).

Le rapport AGV/TAC est un paramètre clé pour déterminer la cinétique de la digestion anaérobie. Il indique la stabilité du processus lorsqu'il est inférieur à 0,5.

Le rapport AGV/TAC initial est supérieur à 0,5 et varie entre (0,59 et 0,82) en raison des déséquilibres des digesteurs (Figure 35). Après 50 jours de DA, le rapport AGV/TAC devient inférieur à 0,2, ce qui prouve le bon fonctionnement des digesteurs et la stabilité du processus. Les mêmes constatations ont été rapportées par (Kalloum et al., 2011).

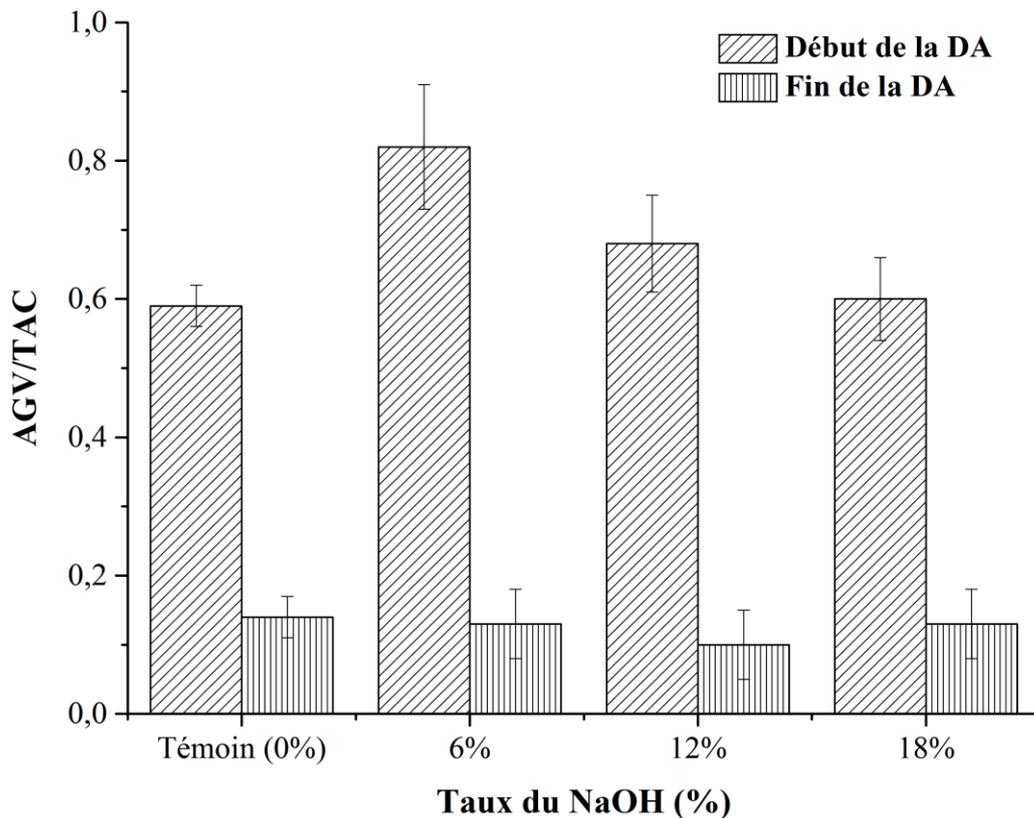


Figure 35: Rapport AGV/TAC au début et à la fin de DA (batch) des folioles de la variété *H'mira* prétraité chimiquement (alcalin)

Ces résultats permettent de conclure que la biodégradabilité des folioles sèches et le fonctionnement des digesteurs sont améliorés par le prétraitement alcalin et plus de MO est converti en biogaz.

IV.3.2.3 Temps de digestion technique (T_{80}).

Le temps de digestion technique (T_{80}) est un autre facteur important pour indiquer la biodégradabilité du substrat. Il est estimé après la fin du processus de digestion anaérobie. Il représente le temps nécessaire pour atteindre 80% de la production totale en biogaz (Yang et al., 2014). Le biogaz total produit dans le processus de digestion anaérobie a nécessité 50 jours dans cette étude. Une fois cette période est dépassée, une très faible production de biogaz est enregistrée. Ce temps est utilisé pour calculer le T_{80} .

A travers les résultats obtenus dans cette étude, le T_{80} est affecté par le prétraitement alcalin (Figure 36). Le temps de digestion technique optimale est enregistré dans le digesteur qui contient le substrat prétraité avec la concentration de 12% de NaOH qui a enregistré un T_{80} de 21 jours, c'est-à-dire 11 jours de moins que le témoin qui est de 32 jours, soit 34,37% de moins que le témoin. En deuxième position le digesteur contenant le substrat prétraité avec la concentration de 18% de NaOH où le T_{80} moyen nécessite 24 jours, c'est-à-dire 8 jours de

moins que le témoin soit une diminution de 25 %. Une étude antérieure avait révélé que le T_{80} pour les tiges de maïs prétraitées à 2% de NaOH (qui est la concentration optimale de NaOH en termes de production totale de biogaz) est de 35 jours (Zheng et al., 2009a).

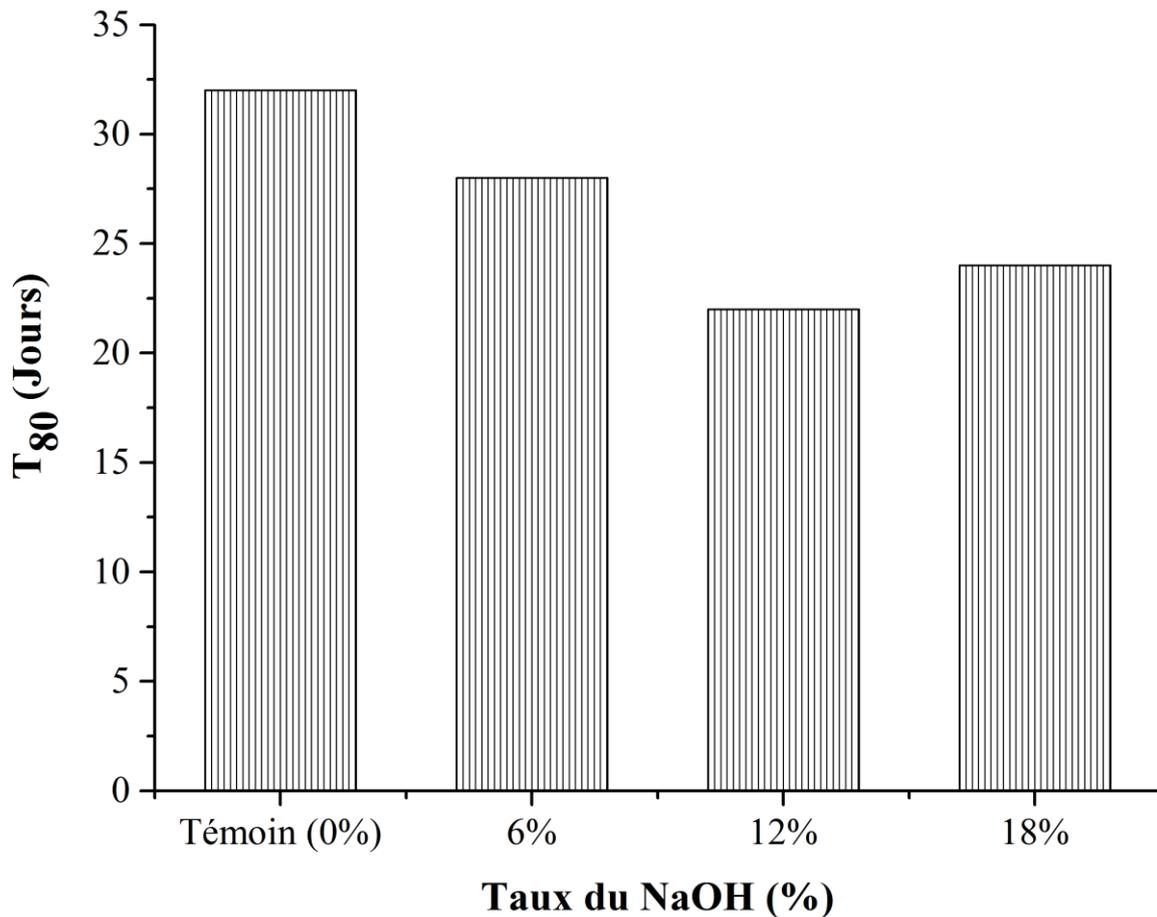


Figure 36: Le temps de digestion technique (T_{80}) durant la DA (batch) des folioles de la variété *H'mira* prétraité chimiquement (alcalin)

Le T_{80} court, enregistré durant cette étude (21 jours) indique que le prétraitement alcalin améliore la digestion anaérobie des folioles sèches de palmier dattier. Il rend ces dernières facilement biodégradables et plus accessibles aux attaques bactériennes, ce qui conduit à une abondance de la matière organique plus soluble nécessitant moins de temps pour leur transformation en biogaz. (Khatri et al., 2015) aussi, démontrent que le prétraitement de la paille par le NaOH permet une dégradation plus facile de l'holocellulose. Il détruit la structure de la lignine et par conséquent ses liaisons avec les holocelluloses pour rendre ces derniers plus accessibles, ce qui entraîne un raccourcissement du temps de digestion du substrat prétraitée.

Le plus longue T_{80} est enregistré au niveau de digesteur prétraité par la concentration de 6% de NaOH avec 28 jours, soit 12,5 % légèrement plus court que le témoin. La faible diminution du temps de digestion démontre que la concentration de 6% de NaOH, est insuffisante pour dégrader les folioles et rendre ces derniers plus accessibles aux

microorganismes, ce qui confirme la nécessité d'augmenter la concentration du NaOH pour prétraiter ce type de substrat.

Ces résultats permettent de déterminer le Temps de Rétention Hydraulique (TRH) adéquat pour la mise en marche des digesteurs continus comme rapporté par (Krishna et Chen, 2016). Ils prouvent de nouveau que l'utilisation d'un prétraitement alcalin approprié améliore la digestion anaérobie en raccourcissant le temps de digestion.

IV.3.2.4 Le rendement quotidien en méthane

Comme le montre la Figure 37, les rendements quotidiens en CH₄ sont affectés par le prétraitement alcalin au NaOH. Il y a deux pics de production, donc le processus peut être divisé en trois étapes : la première de 0 au 7^{ème} jour, la deuxième du 8^{ème} au 16^{ème} jour et la dernière du 16^{ème} jour jusqu'à la fin de digestion.

Au cours de la première étape et après une courte période d'adaptation des micro-organismes, le rendement quotidien en méthane pour tous les tests (traités et non traités) a augmenté rapidement pour atteindre le premier pic au deuxième jour. Le digesteur contenant le substrat prétraité par la concentration de 12% de NaOH présente la plus forte production quotidienne en CH₄ par rapport aux autres digesteurs prétraités par les concentrations de 6%, 18% de NaOH et le témoin. Les valeurs maximales pour les digesteurs prétraités avec les concentrations de 6%, 12% et 18% de NaOH et le digesteur témoin sont respectivement de 13,42, 19,43, 17,87, et 13,01 ml de CH₄/g MO/jour. Indépendamment de l'effet de prétraitement, cette production élevée du biogaz peut être due au substrat initialement disponible pour les micro-organismes anaérobies résultant de la dissolution de la matière organique facilement biodégradable. Des remarques similaires sont notées par d'autres chercheurs (Chufu et al., 2015). De plus, l'activité endogène de l'inoculum contribue à l'augmentation de la production initiale en méthane (Sambusiti et al., 2013b).

A compter du troisième jour, la production de méthane a diminué d'une façon continue jusqu'au septième jour pour atteindre sa faible valeur de 5 ml de CH₄/gMO/jour pour les trois concentrations. Cela s'explique par l'activité microbienne qui consomme rapidement le substrat soluble initialement disponible. Quant au digesteur témoin, il atteint sa faible valeur de 2 ml de CH₄/gMO/jour au sixième jour et sa valeur stagne entre 1 et 2 ml de CH₄/gMO/jour jusqu'à la fin de l'expérience.

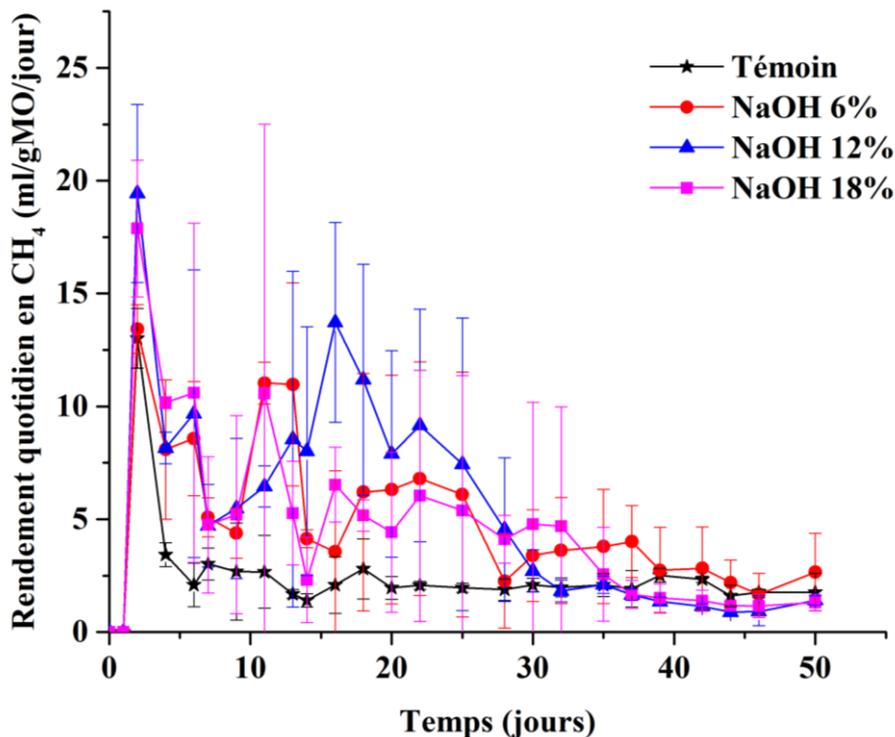


Figure 37: Rendements quotidiens en CH₄ à partir de la digestion anaérobie des folioles non traitées et prétraitées par le NaOH à des différentes concentrations (6%, 12% et 18%) dans un digesteur de type batch

Au cours de la deuxième étape, le rendement quotidien en méthane recommence à augmenter progressivement de nouveau et le deuxième pic atteint 11,03 ml CH₄/gMO/jour pour le substrat prétraité par la concentration de 6% de NaOH au 11^{ème} jour, ce qui est supérieur au rendement de substrat prétraité par la concentration de 18% de NaOH au même jour avec une valeur de pic de 10,57 ml CH₄/gMO/jour. Cependant, il est plus faible que celui enregistré pour le substrat prétraité par la concentration 12% de NaOH, qui représente la concentration idéale avec une valeur de pic de 13,72 ml CH₄/gMO/jour le 16^{ème} jour. Cette augmentation quotidienne du rendement en méthane peut être provoquée par la solubilisation tardive du substrat. Cette dernière grâce à l'hydrolyse alcalin préalable, améliore la DA par la libération des substances organiques internes dans les particules de folioles sèches du palmier dattier (Li et al., 2012). Dans le même contexte, une autre étude rapporte qu'il y a une nouvelle augmentation de la production quotidienne en méthane grâce à une solubilisation ultérieure de la matière organique en solution qui doivent être utilisée immédiatement par la bactérie hydrolytique après une période d'acclimatation et de reproduction (Yao et al., 2013).

Au cours de la troisième étape, lorsque la plus grande partie du substrat disponible est utilisée, la production quotidienne en méthane continue de diminuer progressivement et aucun pic supplémentaire n'est observé ultérieurement. Le digesteur avec la concentration de 12% de

NaOH a cessé de produire du biogaz au 32^{ème} jour, c'est-à-dire 18 jours bien avant la fin de la digestion et devient inférieure à 2 ml CH₄/gMO/jour. Quant aux deux autres digesteurs qui contiennent les substrats prétraités par les concentrations de 6% et 18% de NaOH, l'arrêt de la production du biogaz est enregistré aux 46^{ème} et 37^{ème} jours respectivement. La production de biogaz a presque cessé après 50 jours. Ce qui a été confirmé dans une littérature antérieure (Zhang et al., 2013).

Ces résultats montrent que la concentration de 12% de NaOH est la concentration optimale pour le prétraitement du substrat. Cette concentration est la plus efficace et la plus suffisante pour augmenter le rendement en méthane des folioles sèches des palmiers dattiers. Ces dernières sont devenues par l'application de ce prétraitement, plus facilement accessibles aux bactéries hydrolytiques en augmentant leur biodégradabilité et en réduisant leur temps de digestion. Alors que l'hydrolyse avec des faibles concentrations alcalines de 6% de NaOH n'améliore pas la digestion anaérobie ultérieurement bien qu'il a un pH proche de la neutralité au début de digestion qui ne nécessite pas un ajustement. De même qu'avec les fortes concentrations alcalines de 18% de NaOH qui interfère avec le métabolisme des micro-organismes et qui inhibe leur activité comme l'ont rapporté (Li et al., 2012) et (Yunqin et al., 2009).

IV.3.2.5 Le rendement accumulé en CH₄.

Le rendement accumulé en méthane dans les digesteurs qui contiennent les folioles sèches prétraitées est similaire au rendement des folioles non traitées au premier temps de digestion anaérobie (deux premiers jours) (Figure 38). Des études antérieures trouvent qu'au début de la DA, les bactéries anaérobies consomment les substances organiques solubles ou facilement dissoutes même sans désintégration par la solution alcaline de NaOH (Li et al., 2012).

Ensuite, une amélioration est observée, de sorte que le rendement en méthane accumulé du substrat prétraité devient nettement plus élevé que celui du témoin non traité. Dans une étude antérieure, la capacité de production en méthane de la paille de Teff est améliorée après un certain temps de digestion (2 ou 3 premiers jours) grâce au prétraitement alcalin à base de NaOH qui dégrade la liaison physique de la lignine et de l'hémicellulose et qui facilite l'attaque microbienne (Chufo et al., 2015). Cependant, il n'y a pas de différence significative par rapport au même substrat prétraité jusqu'au 15^{ème} jour. Près de 65 ml de CH₄/gMO sont enregistrés dans tous les digesteurs prétraités au 15^{ème} jour.

Après, le rendement final en méthane accumulé dans les folioles sèches préalablement traitées à la concentration de 6%, 12% et 18% de NaOH a atteint respectivement 121, 135 et

115 ml de CH_4/gMO . Alors que, le rendement final en méthane accumulé à partir du digesteur non traité (témoin), il n'a pas dépassé les 58,09 ml de CH_4/gMO . Ces résultats montrent que le prétraitement alcalin des folioles sèches de palmiers dattiers augmente fortement le rendement en méthane en comparaison avec celles non traitées. Les mêmes remarques sont observées dans des études antérieures (Chen et al., 2014), (Zhang et al., 2013), (Yunqin et al., 2009).

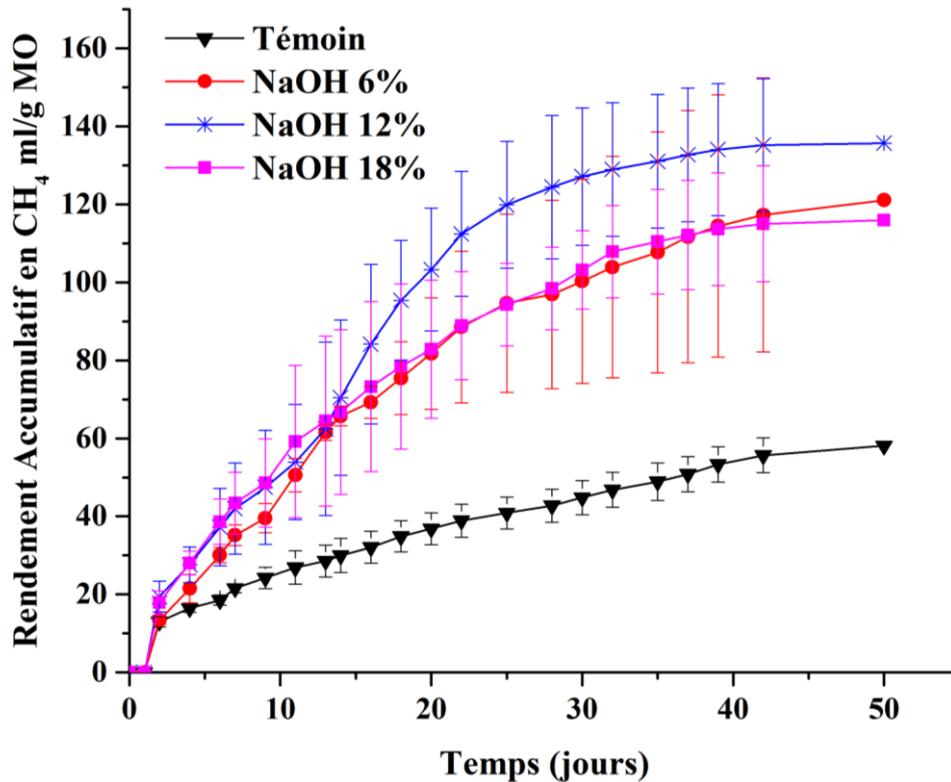


Figure 38: Le rendement accumulé en CH_4 à partir des folioles non traitées et prétraité par le NaOH à des différentes concentrations (6%, 12% et 18%)

Le meilleur rendement accumulé en méthane après une digestion anaérobie de 50 jours est obtenu avec le digesteur qui contient le substrat prétraité par la concentration de 12% de NaOH, avec un rendement plus élevé de 133,59% que celui du digesteur non traité comme le montre la Figure 39. Une faible différence est remarquée entre les deux autres digesteurs contenant les substrats prétraités avec les concentrations de 6% et de 18% de NaOH avec une augmentation supérieure au témoin de 99,62% et de 108,45% respectivement. C'est-à-dire que le rendement en méthane dans tous les essais prétraités est deux fois plus supérieur à celui du digesteur témoin. En comparant ces résultats avec une autre étude sur la production du biogaz à partir d'un mélange de déchets de palmiers dattiers du variété Irakien contenant (des pétioles, des rachis et des folioles). Les déchets sont prétraités avec du $(\text{Ca}(\text{OH})_2)$. Le rendement en méthane à travers ce mélange de déchets est de 90.381 ml $\text{CH}_4/\text{g MO}$ (Ismail; et Talib, 2014).

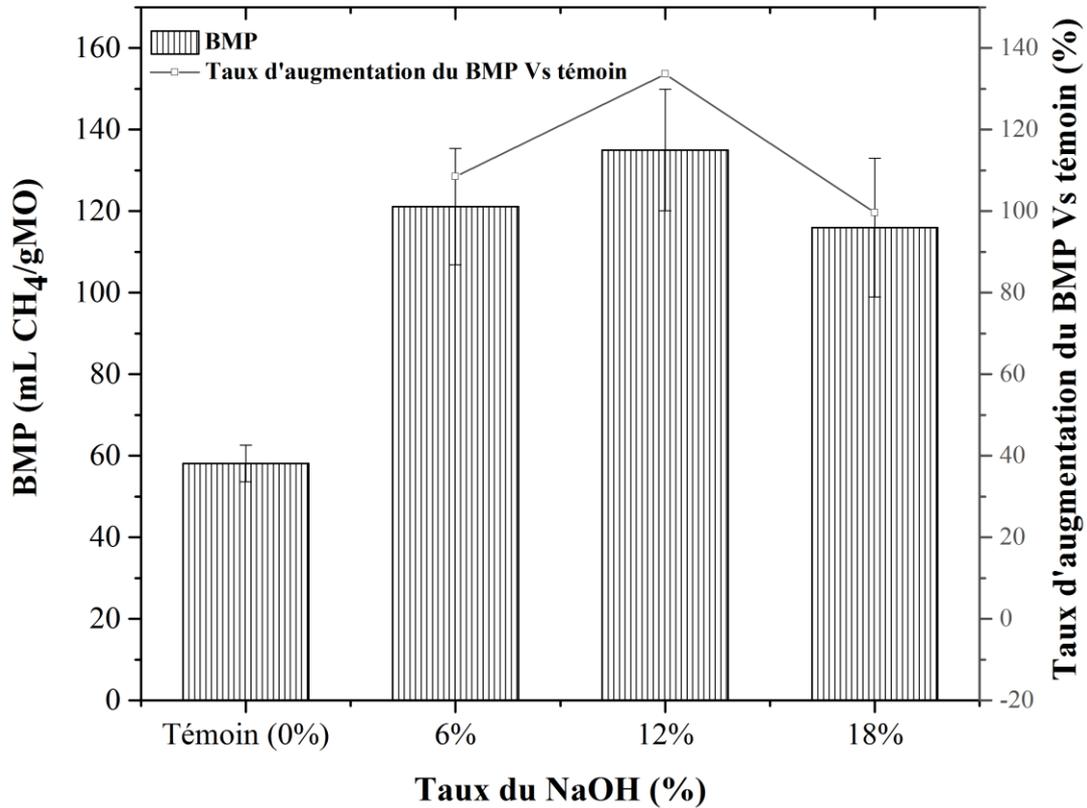


Figure 39: valeurs du BMP et augmentation du BMP des réacteurs prétraités Vs témoin

IV.3.2.6 Comparaison entre les résultats expérimentaux obtenus par la présente étude avec les résultats d'autres substrats lignocellulosiques prétraités avec du NaOH

Les valeurs expérimentales des rendements en méthane obtenues dans le cadre de la présente étude diffèrent de celles obtenues par d'autres expériences utilisant différents types de substrats lignocellulosiques prétraités par du NaOH, comme l'illustre le Tableau 14. Ceci est expliqué comme suit :

- La nature des biofibres des folioles sèches du palmier dattier Algérien, variété "*H'mira*" est composée de 90,98% de LCH.
- Une teneur élevée en lignine (> 25%) bloquant la biodégradation en offrant une protection structurelle supplémentaire, ce qui nécessite la combinaison de plusieurs traitements préalables, comme indiqué dans (Luque et al., 2016) ;
- La somme de la cellulose et de la lignine qui est très élevée (> 67,18%), ce qui réduit le rendement en méthane comme rapporté par (Buffiere et al., 2006)

Tableau 14: Résultats expérimentaux comparatifs avec d'autres substrats lignocellulosiques prétraités par du NaOH

Paramètres	Cette étude	(Shen et al., 2017)	(R. Chandra et al., 2012b)	(Zheng et al., 2009a)	(Dai et al., 2018)	(Chen et al., 2014)
Substrat	Foliole sèche ³	Résidus de Vinaigre	Paille de blé	Tiges de maïs	Paille de riz	Tige d'asperges
RM (ml/gMO)	135±14.87	205.86	165.9	211		242.3
RM (%)	133%	53.99%	111.6%	73.4%	103%	4.3%
BD (RMO)	34,73%	44.88 %	41.5%	70.8%	36.80%	72.1%
T₈₀	34,37%			46.5%		51.4%
L	25.63±8.19%	16.4±0.06%	7.50%	8.4±0.7%	12.5±0.2%	13.2%
C+L	63.78%	41.49%	42.6%	45.9%	50.8%	47.8%
L/C	67.18%	65.43%	21.36%	22.4%	32.63%	38.15%

RM (%): Amélioration du rendement en méthane par rapport au substrat non traité ; **BD (RMO)** biodégradabilité à partir de la réduction de la MO ; **T₈₀**: Taux de réduction de temps de digestion technique T₈₀ par rapport au substrat non traité.

IV.4 Etude de la digestion anaérobie des folioles dans des digesteurs de type continu

Cette partie commence par une préparation de l'inoculum à partir des boues liquide de la station de lagunage pour le traitement des eaux usées domestiques. Une étude détaillée de la cinétique de digestion anaérobie de ces boues accompagnée d'une étude microbiologique de cette dernière au début et à la fin de digestion. L'objectif de cette étude est de voir une idée sur la durée de dégradation de ces boues à fin d'estimer à peu près la durée de la période de démarrage des digesteurs continus, ainsi que leurs richesses par la flore microbienne. En deuxième position une discussion détaillée des analyses par spectroscopie infrarouge (FT-IR) afin de voir une idée précise sur les changements structuraux effectués par le prétraitement chimique. Après cette discussion un suivi des paramètres de surveillance du processus du DA à savoir le pH et la DCO accompagné d'un suivi de production quotidien du bio-méthane toute au long de l'expérience qui dure 136 jours afin de comparer ces résultats avec les résultats des analyses par spectroscopie infrarouge (FT-IR). Les résultats de cette expérience permettront de confirmer ou infirmer les résultats des digesteurs de type batch.

IV.4.1 Préparation de l'inoculum (boues liquides)

La disponibilité de l'inoculum joue un rôle primordial pour la continuité et la durabilité de la technique de digestion anaérobie. Dans le cas de la région d'Adrar, site de l'étude actuelle, la source la plus disponible d'inoculum est celle des boues produites par les stations de lagunage pour le traitement des eaux usées domestiques. L'exploitation de ces boues par la technique de digestion anaérobie non seulement elle permet de résoudre le problème de la disponibilité de l'inoculum, mais aussi elle permet le traitement, la stabilisation et la valorisation énergétique de ces boues en excès avant les rejetées dans l'environnement et par conséquent de minimiser la production croissante de rejets polluants qui représentent un problème majeur partout dans le monde. Aussi elle limite les éventuels problèmes d'odeurs associées aux matières putrescibles résiduelles, et le méthane produit est caractérisé par une haute valeur calorifique et il est considéré comme une source d'énergie renouvelable alternative aux combustibles fossiles limités. Par conséquent la digestion anaérobie des boues d'épuration contribue au développement durable et protège l'environnement. Pour cela, l'objectif de cette étude est d'une part de contrôler l'activité microbienne au début et à la fin de digestion, et d'autre part de suivre la cinétique de la digestion anaérobie mésophile des boues de la station de lagunage et de produire de l'énergie renouvelable qui est le biogaz (méthane et hydrogène). Pour objective d'estimer à peu près la durée de la période de démarrage des digesteurs continus. Pour lequel,

deux digesteurs d'une capacité de 20 litres avec un volume utile de 15 litres avec la même concentration de 6% de MS sont lancés.

IV.4.1.1 Caractéristiques des boues liquides (inoculum)

Les caractéristiques physicochimiques des boues résiduaire utilisées comme inoculum dans la présente étude sont représentées dans le (Tableau 15). La teneur en matière organique MO (exprimée en pourcentage de matière sèche MS) qui est estimée à 53% est mieux que celle utilisée par (Wu et al., 2020) qui est estimée seulement de 10,20%.

Tableau 15 : caractérisation des boues de la station de lagunage de la ville d'Adrar utilisée comme source d'inoculum au début de la digestion anaérobie

Paramètre	Présente étude	(Kalloum et al., 2013)	(Wu et al., 2020)
Matière Organique %	53	54	10,20
Matière Sèche %	6,33	7,98	20,56
DCOs mg d'O ₂ /L	1970	1050	-
DBO ₅ mg/L	-	840	-
pH	7,69	7	6,93
AGV (g d'acide acétique/L)	0,19	-	-
TAC (g de CaCO ₃ /L)	3,42	-	-
Azote totale mgN-NTK/kgMS	5,7	6.1	-
Carbon total g/kg	29,58	-	-
C/N	5,18	-	5,89
<i>Germes mésophiles totaux</i> (UFC/ml)	1,35 x10 ⁷	1,67x10 ⁶	-
<i>Coliformes totaux</i> (UFC/ml)	8,3 x10 ⁶	-	-
<i>Coliformes fécaux</i> (UFC/ml)	7,1 x10 ⁶	1,40 10 ⁸	-
<i>Clostridium</i> (UFC/ml)	1,2x10 ⁶		

Elle est caractérisée par une bonne DCO de l'ordre de 1.970 mg d'O₂/L, contrairement à celle reportée par (Kalloum et al., 2013) qui est seulement de l'ordre de 1.050 mg d'O₂/L. La teneur en AGV est faible avec 0,19g d'acide acétique/L contrairement au TAC qui est élevé avec une valeur de 3,42 g de CaCO₃/L, ce qui assure un milieu tampon favorable pour la vie microbienne. Sachant que le rapport C/N optimal pour la production de biogaz est estimé à 25, le rapport C/N de substrat étudié est faible, il est seulement 5,18, il est presque identique au rapport rapporté par (Mu et al., 2020) qui est de l'ordre de 6,8. Cela est dû au faible teneur en

Carbone (29,58 g/kg) et au forte teneur en Azote 5,7 ce qui rend ce type d'inoculum adéquat pour le substrat de la présente étude (foliole) qui est riche en Carbone afin de corriger ce rapport. Les teneurs en *germes totaux* et *coliformes fécaux* sont estimés à $1,35 \times 10^7$ UFC/ml et $7,1 \times 10^6$ UFC/ml respectivement. Cette teneur est presque identique à des teneurs de la même station dans des périodes précédentes. Les *coliformes totaux* et *Clostridium* sont de l'ordre de $8,3 \times 10^6$ UFC/ml et $1,2 \times 10^6$ UFC/ml respectivement.

IV.4.1.2 Biodégradabilité des boues liquides

La biodégradabilité peut être estimée de deux façons, à partir de l'élimination de la DCO ou bien par la réduction des solides volatils.

IV.4.1.2.1 Biodégradabilité des boues liquides (inoculum) à travers la matière organique (MO)

L'expérience de la DA des boues (inoculum) est surveillée durant 50 jours. Après ce temps, une faible production du biogaz est enregistrée au niveau des digesteurs. Ceci est expliqué par la décomposition de biomasse est la stabilisation des boues digérées. Au début de digestion la teneur en matière organique représente 53 % de la masse totale des boues. Une diminution importante de la MO qui atteint une valeur de 21% après cinquante jours de digestion. Cela démontre une biodégradabilité importante de l'ordre de 60 % contrairement aux résultats obtenu par (Wilson et al., 2020) qui ont obtenus une réduction de la matière organique de 43,7% seulement, soit une différence de 16,3%. Cette biodégradabilité contribue à la diminution de la concentration résiduelle des boues à la fin de l'expérience et à leur stabilisation. Ces résultats démontrent que ces boues sont facilement biodégradables.

IV.4.1.2.2 Biodégradabilité des boues liquides durant la DA à travers la Demande Chimique en Oxygène (DCO)

Le deuxième paramètre qui démontre la biodégradabilité durant la DA est la DCO. Selon la Figure 40, la valeur initiale de la DCO est de l'ordre de 1970 mg d'O₂/L. Une augmentation de la DCO au début de la digestion anaérobie jusqu'à une valeur de 2780 mg d'O₂/L est enregistrée le troisième jour. Cette augmentation est expliquée par la dégradation de la matière organique facilement biodégradable. L'augmentation de la DCO est accompagnée par une faible diminution jusqu'à une valeur de 2178 mg d'O₂/L au huitième jour de la digestion. Cette diminution est due à la consommation de la matière organique dégradée et la production précoce du biogaz. Une autre augmentation de la DCO plus forte que la première commence dès le neuvième jour jusqu'au quinzième jour, qui atteint une valeur de 6100 mg

d'O₂/L. Cette augmentation est due à la dégradation et la décomposition de la matière organique difficilement biodégradable (phase d'hydrolyse).

Dès le seizième jour, la DCO commence à diminuer à nouveau jusqu'à atteindre une valeur de 932.5 mg d'O₂/L au trente-neuvième jour, cela est expliqué par la réduction et la consommation de la matière organique par les microorganismes et leur transformation en autre métabolite (méthane et CO₂).

A partir du quarantième jour, une semi-stabilisation de la DCO à des faibles valeurs entre 932.5 et 810 mg d'O₂/L jusqu'à la fin de la digestion, accompagné par une faible production du biogaz durant cette période. La chose qui confirme la bonne biodégradabilité du substrat et le bon fonctionnement de digesteur.

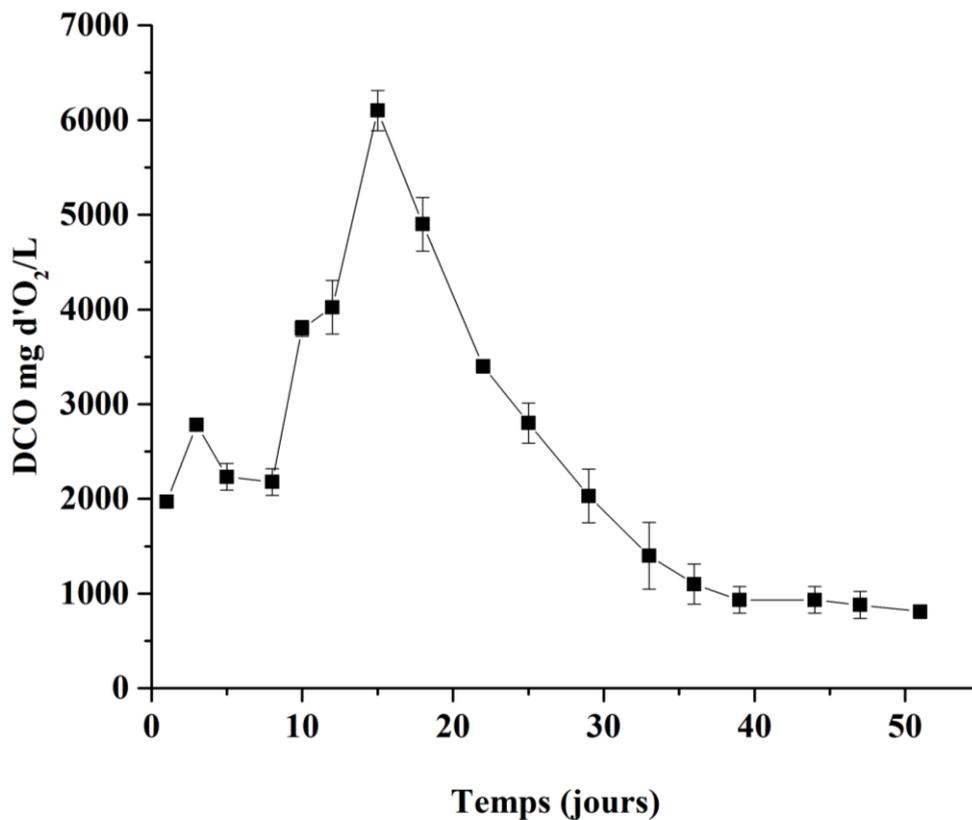


Figure 40: Demande Chimique en Oxygène (DCO) en fonction du temps des boues liquides de la station de lagunage de la ville d'Adrar utilisé comme inoculum.

La biodégradabilité à travers la DCO selon l'Eq. 38 de la partie matérielle et méthodes est estimée de 58,88 %, cette valeur est presque identique à celle obtenue par (Wilson et al., 2020) qui est de l'ordre de 57,61, elle est aussi plus proche de la valeur obtenue par la biodégradabilité à travers la réduction de matière organique. Ces résultats démontrent une biodégradabilité importante des boues de la station de lagunage de la ville d'Adrar suite sa digestion anaérobie.

IV.4.1.3 Evolution du pH en fonction du temps durant la DA des boues liquides (inoculum)

La Figure 41 représente les changements du pH durant la DA des boues liquides (inoculum) en fonction du temps. Le pH commence par une diminution de 7,69 jusqu'à 7,02 durant les huit premiers jours. Cette diminution est causée par les acides organiques produits par les bactéries formant d'acides (phase d'hydrolyse et acidogènes). Avec la consommation et la transformation des AGV en d'autres métabolites, le pH a augmenté régulièrement à partir du 9^{ème} jour jusqu'à une valeur de 7,54 au dix-huitième jour (phase cétoène et méthanogène).

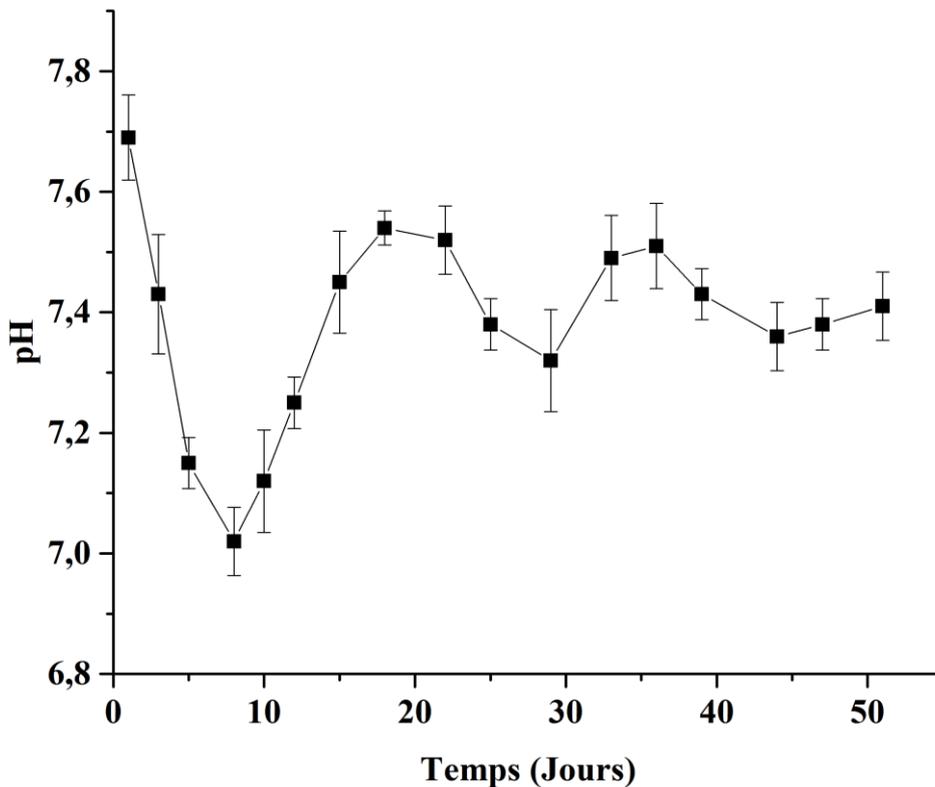


Figure 41: variation du pH en fonction du temps durant la DA des boues liquides (inoculum).

A partir du dix-neuvième jour jusqu'à la fin de digestion, une stabilisation des valeurs de pH entre 7,52 et 7,32 ce qui démontre la stabilité de la cinétique de la digestion. Les mêmes remarques citées en-dessus ont été marquées par (Li et al., 2019)

Les valeurs de pH dans cette expérience sont restées dans la plage de 7,02 à 7,52 au cours de toute l'expérience presque. Cette marge du pH constitue un milieu favorable pour les bactéries méthanogènes responsable de la production de biogaz.

IV.4.1.4 Variation des acides gras volatils (AGV) en fonction du temps durant la DA des boues liquides (inoculum).

La Figure 42 représente la variation des AGV durant la DA de l'inoculum en fonction du temps. Durant les huit premiers jours, les AGV commencent par une augmentation de 0,19

g/L à 0,89 g/L d'acide acétique, due à la dégradation de la matière organique facilement biodégradable (phase d'hydrolyse) et la production des acides gras volatiles (phase acidogènes). Une diminution des AGV jusqu'à 0,38 g/L d'acide acétique au dix-huitième jour (phase acétogène et méthanogène), causée par la consommation de ces derniers et leur transformation en un autre métabolite (bio-méthane) ce qui correspond un pic de production de. Les travaux de (Zuo et al., 2020) démontrent un état pareil.

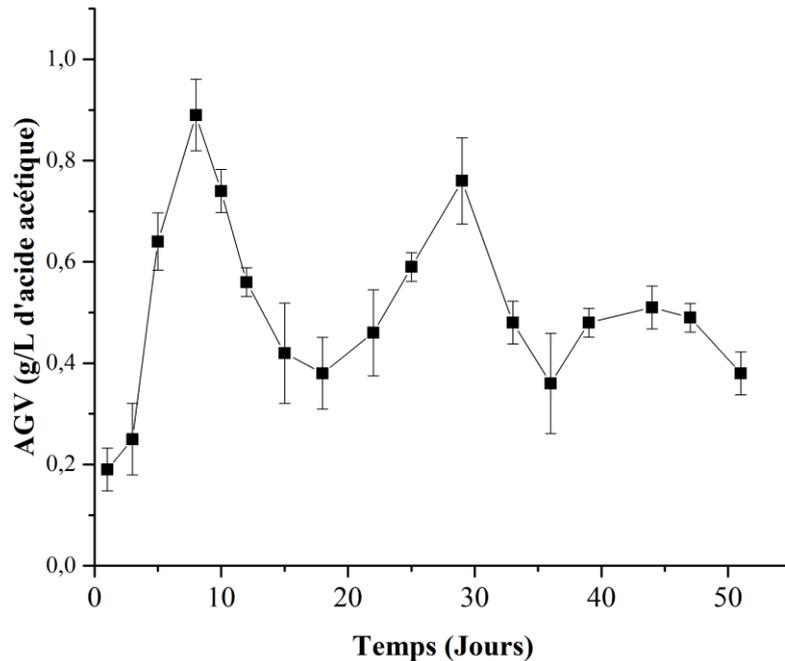


Figure 42: variation des AGV en fonction du temps durant la DA de l'inoculum).

Dès le dix-neuvième jour jusqu'au vingt neuvième jour un autre pic des AGV de 0,76 g/L d'acide acétique est apparu accompagné d'une diminution importante de production du biogaz expliqué par la dégradation des éléments difficilement biodégradables. Après le trentième jour, la concentration des AGV diminue jusqu'à la fin de digestion et restée inférieure à 0,5 g/L d'acide acétique, parallèlement une faible augmentation en production du biogaz est enregistrée durant la même période, ceci est expliqué par l'épuisement des AGV et la diminution des activités méthanogènes et par conséquent la fin du processus. Les mêmes constatations ont été obtenus par (Zhang et al., 2014).

IV.4.1.5 Variation du titre alcalimétrique complet (TAC) en fonction du temps durant la DA de la boue liquide (inoculum).

Le Titre Alcalimétrique Complet (TAC) est mesuré pour donner une idée sur la capacité tampon du milieu. Selon la Figure 43, une diminution des valeurs du TAC est enregistrée durant les huit premiers jours de la digestion de 3,42 g CaCCO₃/L jusqu'à 2,24 g CaCCO₃/L, dû à la production des AGV (phase hydrolyse et acidogènes).

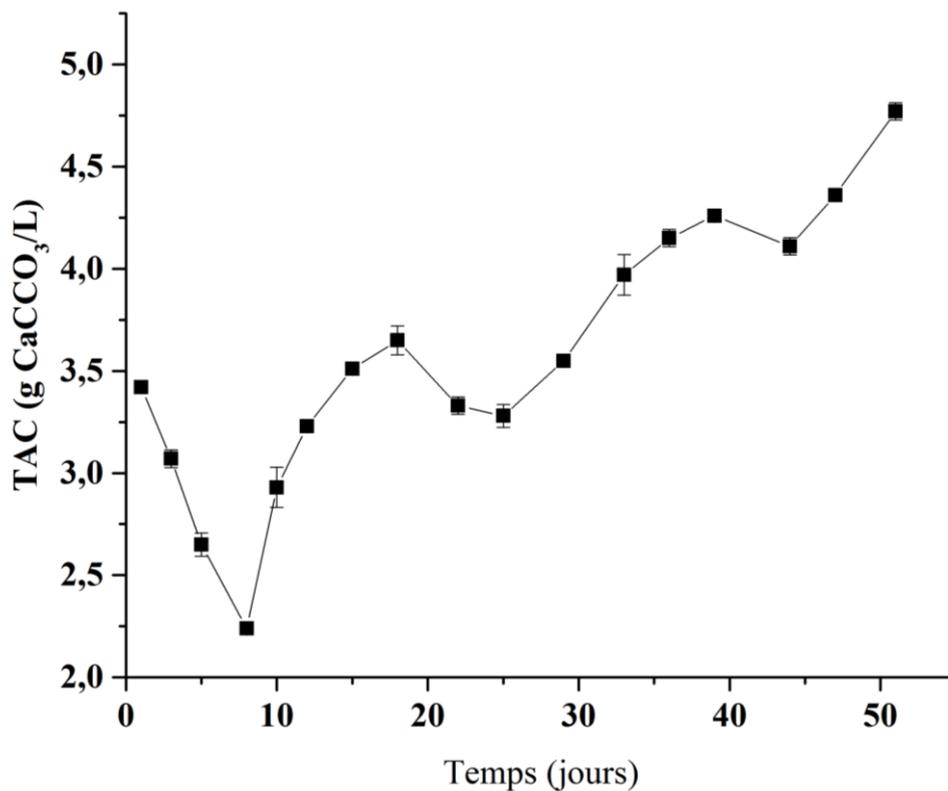


Figure 43: variation des TAC en fonction du temps durant la DA des boues liquides (inoculum)

Dès le neuvième jour jusqu'au dix-huitième jour, une augmentation continue de l'alcalinité de 2,24 jusqu'à 3,65 g CaCCO₃/L. Certains chercheurs ont attribués cette augmentation à la richesse de substrat en protéines qui sont consommées par les micro-organismes responsables de la production d'alcalinité (Eric et al., 2020). Ensuite, une légère diminution de l'alcalinité est enregistrée jusqu'à une valeur de 3,28 g CaCCO₃/L au vingt-cinquième jour. Cela est expliqué par la production des AGV à nouveau grâce à la dégradation des particules difficilement biodégradables. A partir du vingt-sixième jour l'alcalinité du milieu est augmentée d'une façon quasi continue jusqu'à la fin de la digestion où elle atteint la valeur de 4,77 g CaCCO₃/L. Cela est expliqué par la capacité tampon élevée du milieu (phase méthanogène). Les travaux de (Meng et al., 2018) démontrent que la forte capacité tampon du milieu créée par les produits endogènes a empêché l'accumulation des AGV.

IV.4.1.6 Le rapport AGV/TAC durant la DA des boues liquides (inoculum)

Le rapport AGV/TAC est un indicateur utile qui reflète la performance du processus de digestion anaérobie et qui influe directement sur la variation de la production de biogaz.

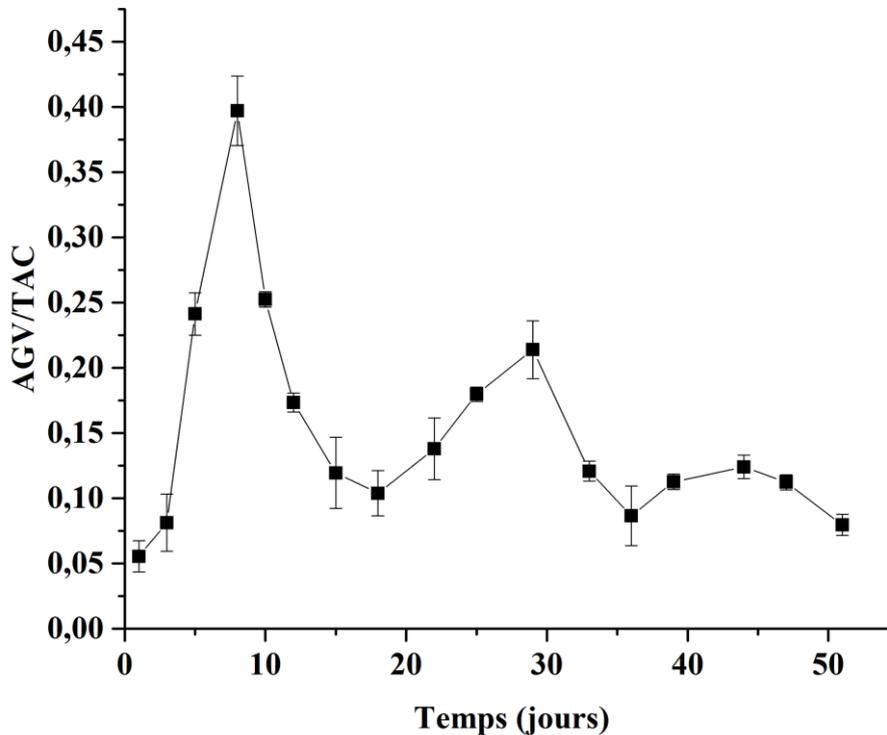


Figure 44: rapport AGV/TAC en fonction du temps durant la DA des boues liquides (inoculum)

Un rapport inférieur à 0,4 démontre une capacité tampon du milieu qui empêche l'accumulation des acides gras volatils et favorise beaucoup la stabilité du processus de digestion anaérobie et par conséquent la production du méthane (Loganath et Mazumder, 2018). La Figure 44 illustre le suivi des valeurs du rapport AGV/TAC durant la digestion anaérobie des boues résiduaire de la station de lagunage de la ville d'Adrar. Une augmentation des valeurs de ce rapport durant les huit premiers jours, de 0,06 à 0,4. Cette augmentation est provoquée par la production des AGV durant les phases hydrolyse et acidogénèse, mais toutes les valeurs sont inférieures à 0,4. Cet intervalle démontre une performance stable du processus dès le début de la digestion. A partir du neuvième jour, le rapport AGV/TAC a diminué et reste compris entre 0,08 et 0,25 jusqu'à la fin de digestion. Les valeurs de ce rapport AGV/TAC dès le début de la digestion sont inférieures à 0,4 ce qui indique une stabilité du processus, une capacité tampon élevée du milieu et un bon fonctionnement de digesteur.

IV.4.1.7 Rendement quotidien en bio-méthane durant la DA des boues liquides (inoculum)

Le volume de bio-méthane produit quotidiennement est illustré dans la Figure 45. Un faible rendement est enregistré au début de la digestion durant les huit premiers jours qui ne

dépasse pas les 3 ml de CH₄/g MO/jour (phase d'hydrolyse et acidogène). A partir du neuvième jour, le rendement en méthane connaît une augmentation continue jusqu'au dix-huitième jour où il atteint sa valeur maximale de 7,5 ml CH₄/g MO/jour), cette période représente les jours de production effective (phase acétogène et méthanogène). Cela est expliqué par la forte activité microbienne et l'interaction accrue entre les acétogènes et les méthanogènes qui conduisent à une consommation équilibrée des AGV produits durant les premières phases.

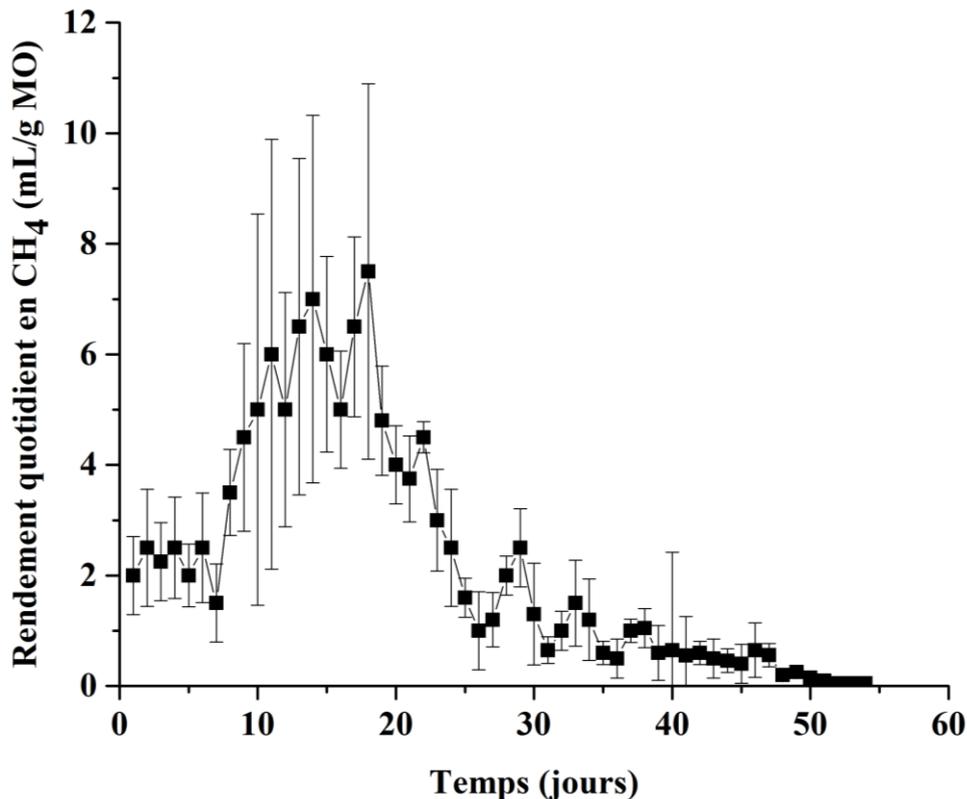


Figure 45: variation du rendement quotidien en méthane en fonction du temps des boues liquides de la station de lagunage de la ville d'Adrar utilisé comme inoculum

Les mêmes constatations ont été rapportées (Zuo et al., 2020). Dès le dix-neuvième jour jusqu'au trente-huitième jour, une nette diminution de production du méthane est enregistrée, avec des valeurs qui comprise entre 1 et 4,8 ml CH₄/g MO/jour. Cette diminution est due à l'épuisement des AGV et par conséquent l'épuisement de la matière organique biodégradable qui conduit à la diminution de l'activité microbienne. Dès la trente-neuvième jour le rendement en méthane est devenu presque nul (< à 1 ml CH₄/g MO/jour) en raison de la réduction totale de la matière organique et l'arrêt de la réaction microbienne et par conséquent la fin de la digestion anaérobie. Les études de (Latha et al., 2019) démontrent un état semblable.

IV.4.1.8 Volume accumulée du bio-méthane durant la DA des boues liquides (inoculum)

La Figure 46 montre le volume accumulé du bio-méthane produit lors de la digestion

anaérobie des boues de la station d'épuration de la ville d'Adrar. La courbe montre trois phases principales. La première phase est enregistrée durant les huit premiers jours de digestion anaérobie. Elle est caractérisée par une faible production du bio-méthane accumulé inférieur à 20 ml CH₄/g MO.

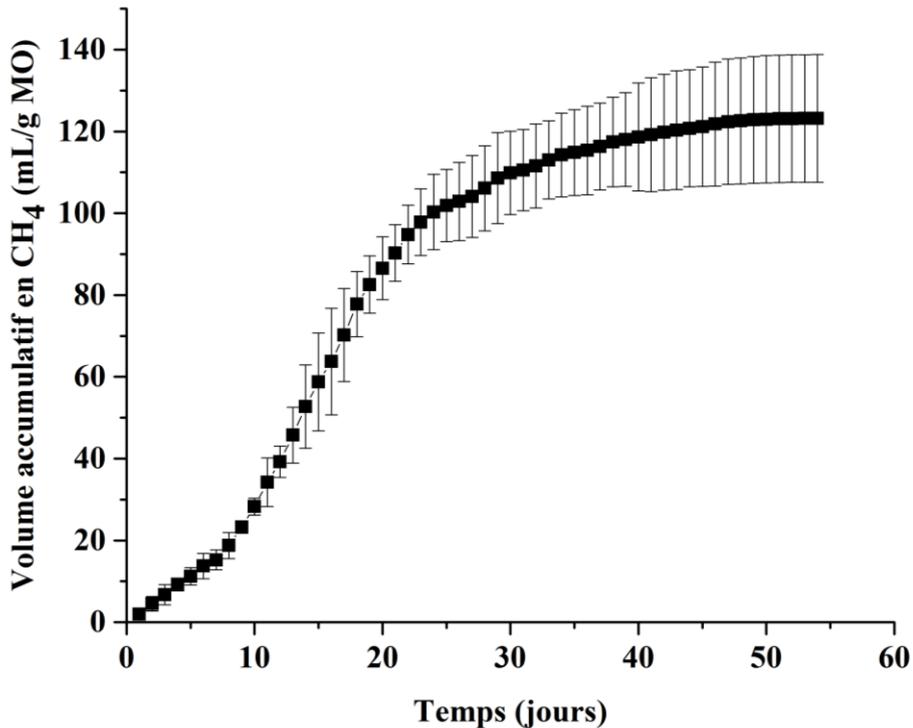


Figure 46: Rendement accumulé du volume de bio-méthane en fonction du temps durant la DA des boues liquides (inoculum)

La deuxième phase commence le neuvième jour jusqu'au trente-huitième jour où la production du bio-méthane connaît une augmentation continue et accélérée pour atteindre la valeur de 118 ml CH₄/g MO à la fin de cette phase. La troisième phase représente le temps qui reste du processus, elle est caractérisée par un arrêt quasi total de la production du bio-méthane, une stabilisation de la courbe. A la fin de l'expérience la production se termine à une valeur de 123 ml CH₄/g MO.

IV.4.1.9 Analyses microbiologiques de l'inoculum au début et à la fin du DA

La méthode de dénombrement direct des micro-organismes par comptage des colonies après ensemencement dans un support nutritif solide gélosé (Méthode dite du nombre le plus probable) est utilisée pour caractériser la communauté bactérienne anaérobie développée au début et à la fin de digestion anaérobie des boues liquides de la station de lagunage de la ville d'Adrar (inoculum de substrat de la présente thèse).

L'objectif de cette étude microbiologique d'une part est l'estimation de la communauté microbienne au niveau de cet inoculum et d'autre part de démontrer l'effet de la digestion anaérobie sur la flore microbienne.

IV.4.1.9.1. La charge bactérienne des boues liquides (inoculum) au début de la digestion

Quatre flores bactériennes sont étudiées à savoir, les *Germes mésophile totaux*, les *Coliformes totaux*, les *Coliformes fécaux* et *Clostridium*. Selon la Figure 47, la charge microbienne initiale de substrat est un peu différente de l'étude précédente sur la même station. Comme exemple la teneur en *Germes mésophile totaux* et en *Coliformes fécaux* sont de l'ordre de $1,35 \times 10^7$ et $7,1 \times 10^6$ UFC/ml respectivement, alors que les mêmes flores pour la même station ont été estimées à $1,67 \times 10^6$ et $1,4 \times 10^8$ UFC/ml respectivement dans les travaux de (Kalloum et al., 2011). Cela signifie que le taux de la flore microbienne varie d'une période à une autre. Concernant les *Coliformes totaux* et *Clostridium* sont de l'ordre de $8,3 \times 10^6$ et $1,2 \times 10^6$ UFC/ml respectivement. Selon ces résultats, la charge microbienne initiale des boues de la station de lagunage est importante grâce au climat chaud de la région ainsi que à la richesse de ces boues en nutriments.

Une autre étude sur l'impact de la digestion anaérobie sur les fractions des communautés bactériennes réalisée par (Díaz et al., 2018) démontre que la boue introduite dans le digesteur est composé majoritairement des bactéries de l'embranchement *Firmicutes* avec 41% de nombre totale des embranchements bactériens. Aussi cet embranchement est contribué à la production d'enzymes extracellulaires comme les cellulases, les lipases ou les protéases. Les autres embranchements bactériens qui restent sont constitué par les *Bacteroidetes* avec 19%, les *Proteobacteria* avec 15% et les *Spirochaetes* avec 15%. La même étude démontre une augmentation importante de microbiote de l'embranchement *Firmicutes* atteindre 83% de l'abondance totale se produit au cours du processus de digestion, contrairement au *Bacteroidetes* et les *Proteobacteria* qui ont diminué d'une façon remarquable en dessous de 10%, alors que les *Spirochaetes* sont presque disparu au cours du processus anaérobie.

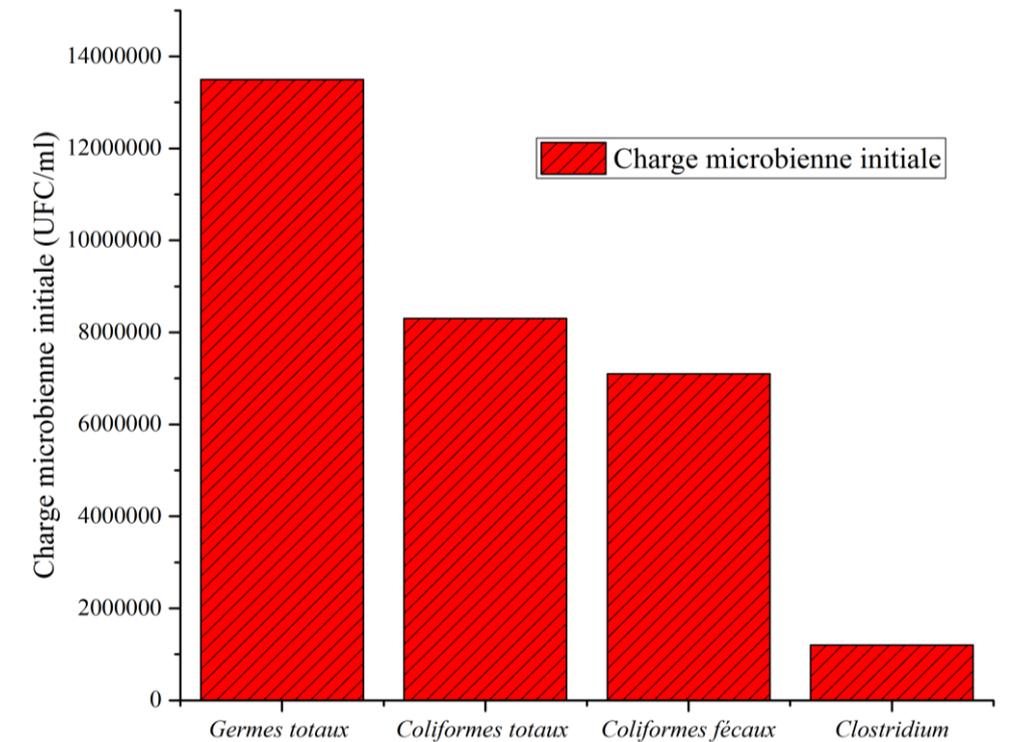


Figure 47: La charge microbienne des boues liquides (inoculum) au début de la DA

Les travaux de (Djaafri et al., 2014) sur les déchets ménager de restaurant démontrent une forte croissance de la communauté bactérienne au début et au milieu de digestion en concordance avec la production en biogaz pour les genres *Coliformes*, *Streptocoques* et *Clostridium*. Ils ont expliqué cette croissance par la consommation des produits d'hydrolyses au cours des dix à vingt premiers jours de digestion. Les mêmes remarques sont enregistrées dans les travaux de (Gharianiand et Najjar, 2017) sur la surveillance microbiologique et énergétique du processus du digestion anaérobie expérimentale des déjections de volaille qui ont enregistrés une activité microbienne intense en particulier au cours des 20 premiers jours de digestion.

Parallèlement, une étude récente effectuée par (Tao et al., 2020) démontre que la productivité du biogaz par digestion anaérobie est régie par des microbiotes bactériens central y compris *Bacillus*, *Clostridium*, *Bacteroides*, *Eubacterium*, *Cytophaga*, *Anaerophaga* et *Syntrophomonas* alors que l'origine différent de l'inoculum produit une communautés méthanogènes dominaient différentes. Les résultats démontrent aussi que ce microbiote bactérien central était bien corrélé avec la production de biogaz. Ils démontrent aussi qu'à travers la manipulation de la communauté bactérienne il y a une possibilité de maintenir une excellente performance en évitant la défaillance du processus de digestion anaérobie.

IV.4.1.9.2 La charge microbienne des boues liquides (inoculum) à la fin de la digestion

A la fin de digestion anaérobie, une diminution importante de la flore bactérienne est enregistrée au niveau du digesteur avec des taux de 128.000, 25.000, 13.500 et 12.000 UFC/ml pour les *Germes mésophile totaux*, les *Coliforme totaux*, les *Coliformes fécaux* et *Clostridium* respectivement (Figure 48). Ces résultats démontrent un taux d'élimination de la flore bactérienne de plus de 99%. Les mêmes remarques ont été enregistrées par (Kalloum et al., 2011) et (Atelge et al., 2018). Les travaux de (Djaafri et al., 2014) montrent que la diminution des *Coliformes* et des *Levures* à la fin de digestion est due à la diminution des nutriments ainsi que à la faible activité catabolique de ces micro-organismes vis-à-vis des lipides et des protéines. Dans le même contexte, les travaux de (Gharianiand et Najar, 2017) prouvent que la DA élimine plus de 99% des pathogènes. Ils ont expliqué cette diminution par la concentration initiale de pathogènes ainsi que par la compétition avec d'autres micro-organismes et par le mode d'alimentation du digesteur.

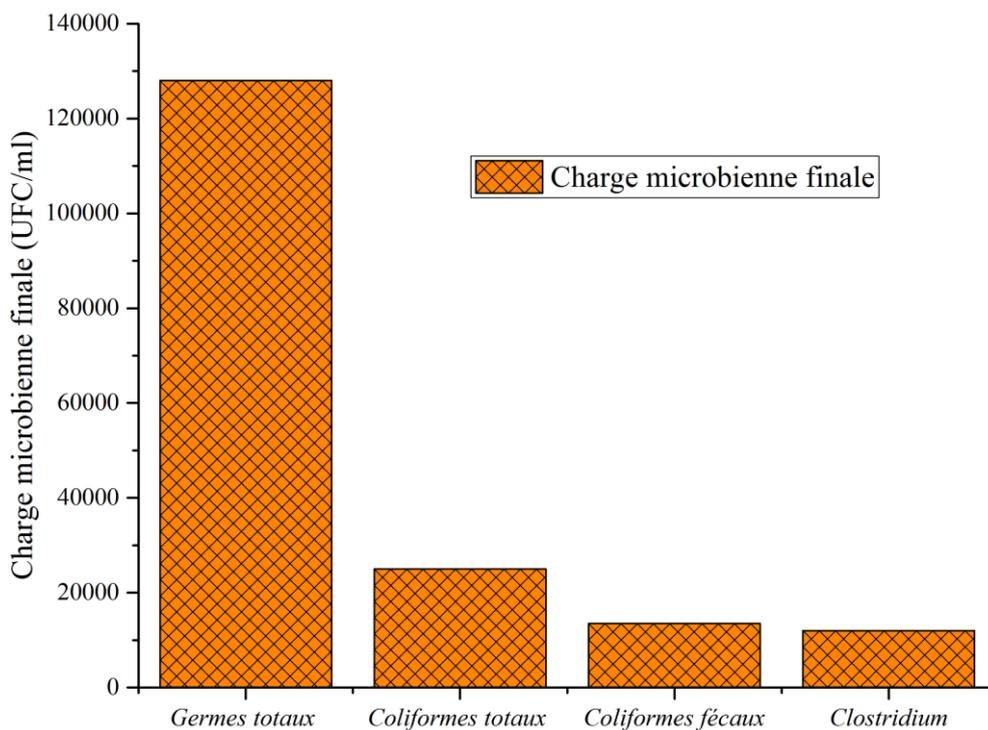


Figure 48 : La charge microbienne des boues liquides (inoculum) à la fin de la DA

Ces résultats démontrent que le nombre de micro-organismes pathogènes dans les déchets organiques a diminué au cours du processus de digestion anaérobie. Pour cela il est préférable de prélever l'inoculum avant la fin de digestion anaérobie et lorsque le rendement en biogaz est devenu faible. Dans le cas présent il est préférable de prélever l'inoculum au 35^{ème}

jour afin de profiter l'activité microbienne et en même temps d'éviter le méthane endogène de l'inoculum qui affecte les résultats de méthanisation.

Ces résultats confirment aussi que la digestion anaérobie est une solution prometteuse pour la destruction de la plupart des agents pathogènes présents dans les boues, aussi pour traiter et valoriser ces dernières.

IV.4.1.10 Synthèse de l'étape de préparation de l'inoculum

L'étude de la digestion anaérobie des boues de la station de lagunage de la ville d'Adrar utilisé comme inoculum dans la présente étude a permis de connaître la cinétique du processus ainsi que les moments adéquats de prélèvement de l'inoculum à partir des digesteurs. Les résultats démontrent une stabilisation des boues par la production de la quasi-totalité de l'énergie emprisonnée au niveau de celle-là. L'énergie sous forme de bio-méthane produite par cette boue est estimée à 123 ml CH₄/g SV.

La cinétique de la digestion anaérobie durant toute l'expérience à travers des valeurs du rapport AGV/TAC indique une stabilité du processus (rapport inférieur à 0,4), une capacité tampon élevée du milieu et un bon fonctionnement du digesteur.

Une biodégradabilité importante par l'élimination de la DCO et la réduction des solides volatils de l'ordre de 60 % environ. Cette biodégradabilité contribue à la diminution de la concentration résiduelle des boues à la fin de l'expérience.

Une diminution importante du nombre de micro-organismes pathogènes dans les boues digérées au cours du processus de digestion anaérobie. Ce phénomène permet de conclure que l'utilisation de ces boues directement comme engrais pour les sols agricoles provoque le risque de contamination par les agents pathogènes. Il est préférable d'utiliser ces boues après stabilisation et décontamination par la technique de digestion anaérobie, produisant la bioénergie (biogaz) et le digestat (fertilisant), protégeant l'environnement et la santé humaine et contribuant au développement durable.

A la fin, il est important de signaler qu'il est préférable de prélever l'inoculum avant la fin de la digestion anaérobie, lors de la diminution de production en biogaz. Concernant la période de démarrage est estimé de 35 jours. Cette période permet de garder une quantité importante de la flore microbienne en même temps en évitant le méthane endogène qui affecte les résultats.

IV.4.2 Etude de l'effet du prétraitement chimique en utilisant la technique du Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR)

Par la technique analytique de la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

(FT-IR), une détermination générale, rapide et idéale de la nature des échantillons (des informations sur les structures chimiques) peut être effectuée. Cette technique est utilisée par plusieurs études antérieures à cette fin (Ilyas et al., 2019), (Abid et al., 2020), (Akhtar et al., 2019) et (Abdullah et al., 2020). A travers cette technique, un suivi des changements chimiques et structuraux de la biomasse lignocellulosique (cellulose, hémicellulose et de la lignine) pour l'identification des effets du prétraitement alcalin à base du NaOH sur la digestibilité de la biomasse de la présente étude (Foliolle de la variété *H'mira*) est effectué. Le suivi des changements est basé sur la comparaison de l'échantillon prétraité avec les spectres de référence de l'échantillon témoin ou bien les spectres des fibres de matériaux connus comme la cellulose brute, en se basant sur les nombres des bandes d'absorption et d'ondes spécifiques qui correspondent aux groupes fonctionnels dans chaque bio-polymère lignocellulosique (Abdullah et al., 2020). La détermination des mécanismes d'adsorption est liée de plusieurs paramètres comme le pH, la taille des pores et les groupes fonctionnels de surface (Tanweer; et al., 2012).

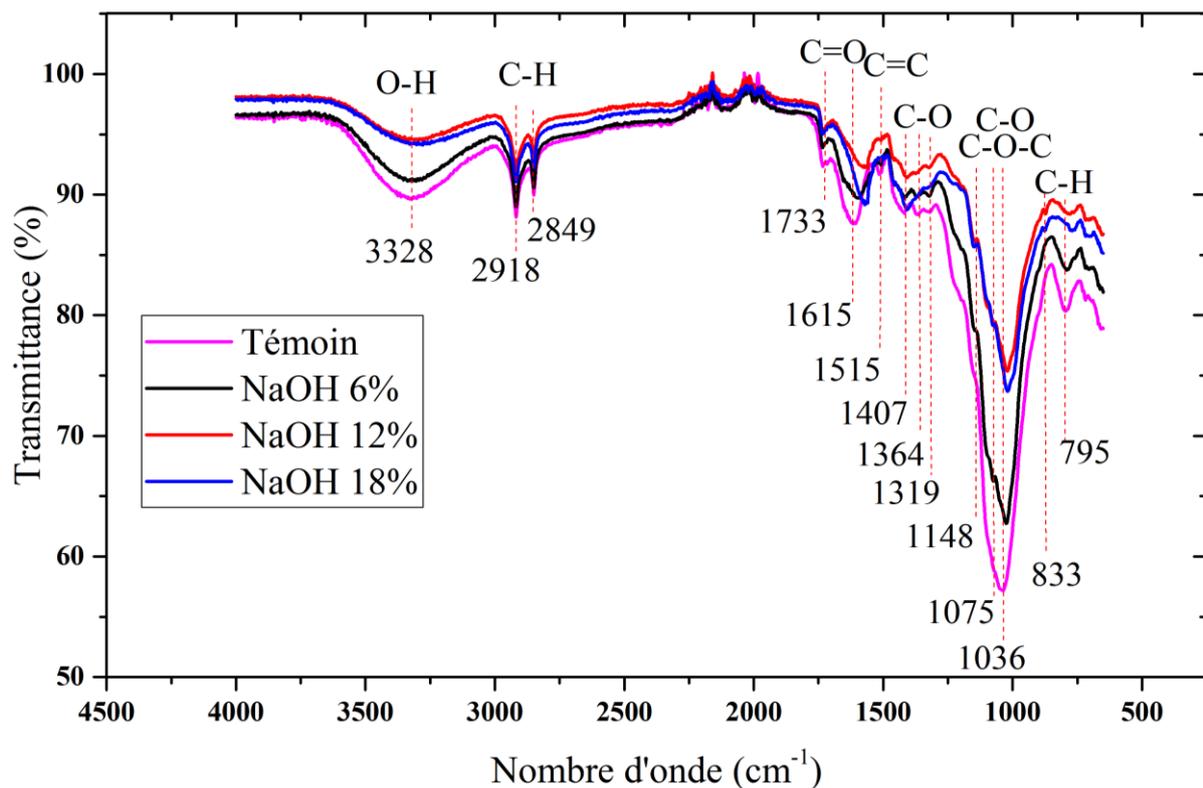


Figure 49: Spectres FT-IR complet des fibres de foliole de la variété *H'mira* non traitées et traitées avec (6%, 12% et 18% NaOH).

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) est effectuée sur tous les échantillons de foliole de *H'mira* avant et après prétraitement alcalin à base de NaOH. A travers la Figure 49 et selon la littératures, les changements qui affecte les spectres FT-IR des substrats

lignocellulosiques se localisent au niveau de deux régions importantes, celle de la région entre 4.000 et 2.700 cm^{-1} et celle de la région de l’empreinte digitale dans la gamme entre 1.800 et 700 cm^{-1} (Szentner et al., 2019).

IV.4.2.1 Interprétation des spectres FT-IR de la région entre 4.000 et 2.700 cm^{-1}

Les affectations des bandes d'absorbance FT-IR de la région entre 4.000 et 2.700 cm^{-1} et les différents groupes fonctionnels correspondants pour les fibres lignocellulosiques des folioles de *H'mira* sont représentées dans le Tableau 16. A travers la Figure 50, tous les échantillons analysés présentent une large bande à 3.278–3.337 cm^{-1} , attribuée aux vibrations d'élongation des groupes hydroxyle (O–H) dans les structures phénoliques et aliphatiques de la lignine ainsi que dans la structure des fibres d'holocellulose (cellulose et hémicellulose) (Gatt, 2019) (Maheswari et al., 2020) (Ventura-cruz et al., 2020). D'autres études indiquent la possibilité de la coexistence de deux types de sites de fixation à la fois pour la même bande d'absorption, celle de la lignine –OH et celle de la cellulose –OH (Tanweer; et al., 2012). Une diminution remarquable de l'intensité de ces bandes après prétraitement des folioles avec toutes les doses de NaOH. Il est enregistré aussi un décalage vers un nombre d'onde plus élevé pour le substrat prétraité par 12% NaOH.

Il est rapporté que le déplacement du pic important des groupes –OH à 3.416 cm^{-1} vers un nombre d'onde plus élevé de 3.435 cm^{-1} est expliqué par la dissolution des composants des hémicelluloses et de la lignine amorphe (De et al., 2020). Le décalage vers un nombre d'onde plus élevé suggère aussi que les liaisons d'hydrogène intermoléculaires dans la lignine et de l'holocellulose sont rompues et perturbées après le prétraitement alcalin adéquat (12%NaOH) ainsi que leur degré d'association est diminué. Ce décalage suggère également que le changement des liaisons intra et intermoléculaires peut causer une transformation qui affecte le nombre d'onde (Oh et al., 2005). Autres travaux citent que le décalage vers un nombre d'onde plus élevé dans cette région (3.339 à 3.340 cm^{-1}) est le résultat de changement qui affecte les groupes hydroxyles celluloses comme la réduction de la liaison hydrogène (Moli et al., 2020).

Tableau 16 : Les affectations des bandes d'absorbance FT-IR en dehors de la région de l'empreinte digitale et les différents groupes fonctionnels correspondants pour les fibres lignocellulosiques des folioles de *H'mira*.

Bande d'absorption	Intervalle	Groupes fonctionnels (affectations possibles)	Référence
3328	3100-3500	L'élongation O–H et aux groupes phénoliques	(Maheswari et al., 2020)
	3356	Etirement O-H, Holocellulose, Lignines	(Gatt, 2019)
	3336	L'élongation O–H de vibrations dans la cellulose	(Ventura-cruz et al., 2020)
	3300-3400	L'élongation O–H des groupes hydroxyle de la structure aliphatique et phénolique	(Athinarayanan et al., 2019)
	3398-3415	L'élongation vibrationnel du groupe O–H	(Zayed and Eisa, 2014)
2849- 2918	2957-2840	L'élongation C–H dans les groupes méthoxyle aromatiques	(Maheswari et al., 2020)
	2924-2838	Elongation C-H, Holocellulose, Lignines	(Gatt, 2019)
	2938	L'élongation du C–H dans les groupes méthyle, méthylène et méthoxy	(Li et al., 2017)
	2920-1850	L'élongation du C–H	(Ventura-cruz et al., 2020)

Concernant le substrat prétraité par la dose 18% NaOH la forte diminution de l'intensité de cette bande est accompagné par un décalage vers un nombre d'onde plus faible indiquant une rupture de la liaison hydrogène (Riaz et al., 2018). Il est à noter que la diminution maximale de l'intensité et la largeur des bandes est enregistrée pour l'échantillon prétraité par 12%NaOH. (Das et al., 2019) citent que la diminution de la largeur de la fréquence d'élongation O–H de la bande 3375 cm^{-1} après prétraitement causé par une possible perturbation des liaisons hydrogène intermoléculaires dans la lignine. Parallèlement, les études de (Dong et al., 2019) rapportent que les liaisons hydrogène de ce pic d'absorption (3407 cm^{-1}) caractéristique de la cellulose étaient rompues et que leur degré d'association diminuait après le prétraitement. Il est rapporté aussi que le prétraitement alcalin par NaOH attribué à la réduction du nombre de groupes O–H à la surface en provoquant une réduction des pics O–H (Elseify et al., 2019). Ces résultats démontrent une forte biodégradabilité des substrats prétraités par les doses 12 et 18% NaOH avec un optimum pour celle de 12%. Concernant le substrat prétraité par 6% NaOH il enregistre une faible diminution de l'intensité de cette bande avec un décalage vers un nombre d'onde plus faible.

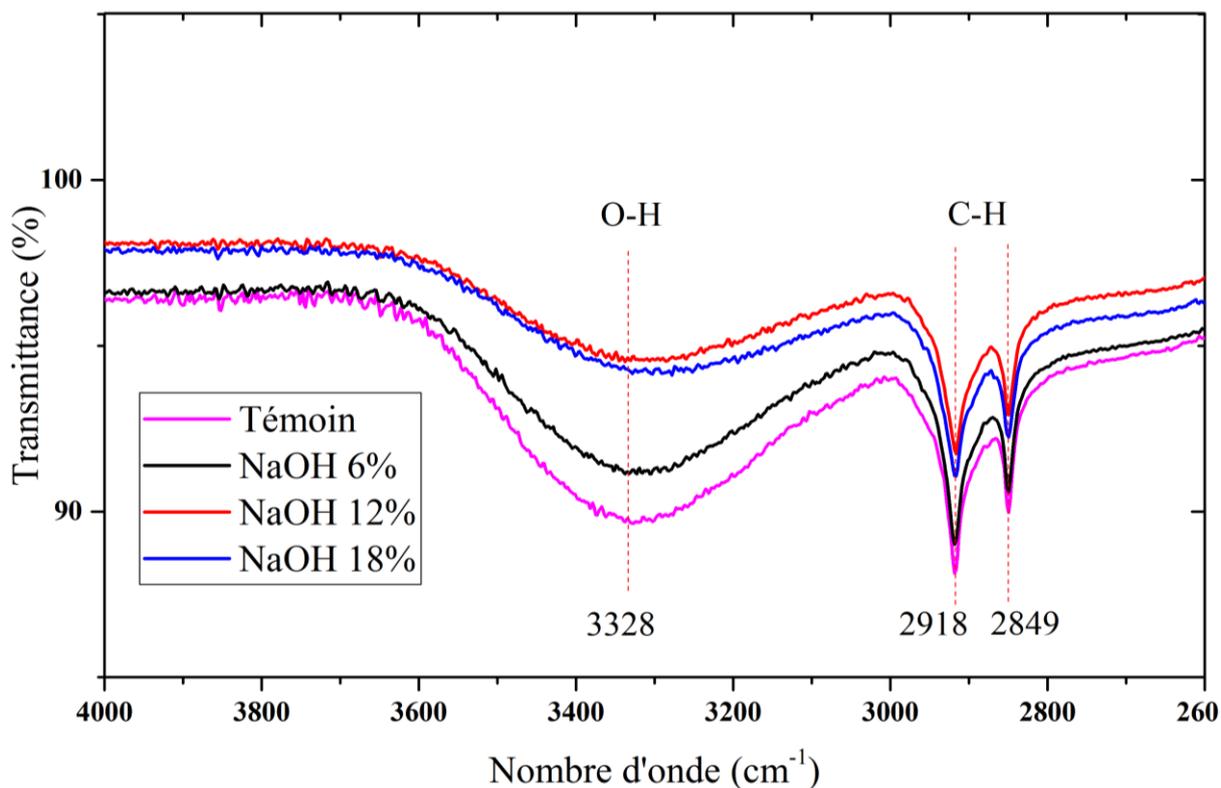


Figure 50 : Spectres FT-IR en dehors de la région de l'empreinte digitale des fibres de foliole de la variété *H'mira* non traitées et traitées avec (6%, 12% et 18% NaOH).

Il est bien évident que le spectre du substrat prétraité par cette dose est presque associé avec le spectre de l'échantillon témoin. Cela démontre une faible influence de cette dose de NaOH (6%) sur le prétraitement de substrat c'est-à-dire une très faible biodégradabilité.

Passant aux doubles pics enregistrés à 2918 et 2849 cm⁻¹ produit principalement de l'élongation du groupe C-H de la cellulose de groupement -CH₃ et -CH₂ (Galiwango et al., 2019) (Boumediri et al., 2019). Des études sur les graines des palmiers dattiers, démontrent que les bandes observées à 2924 et 2855 cm⁻¹ sont attribuées respectivement à l'élongation asymétrique et symétrique des bandes C-H dans les groupes méthyle et méthylène. Ils ajoutent aussi que ces bandes d'absorption montrent généralement des contributions de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine (Nabili et al., 2016). Il est à signaler qu'il y a une diminution de l'intensité de ces pics pour tous les substrats prétraités par rapport à celle non traité avec toujours une maximale diminution aux niveaux de l'échantillon prétraité avec du 12% NaOH. (Abid et al., 2020) expliquent la diminution de l'intensité des bandes à 2.920 et 2.850 cm⁻¹ par la dégradation des glucides.

IV.4.2.2 Interprétation des spectres FT-IR au sein de la région de l'empreinte digitale

La variation remarquable était généralement observée dans la région de l'empreinte digitale (1.800 à 700 cm^{-1}). Les mêmes remarques sont rapportées par (Xue et al., 2020). La Figure 51 démontre que cette région est très sensible à tous changements structuraux comme l'apparition ou la disparition des bandes, la diminution ou l'augmentation de l'intensité et la largeur des bandes d'absorbances, le décalage des bandes etc..., cela est confirmé aussi par les travaux de (Filho et al., 2007). Le Tableau 17 représente les affectations des bandes d'absorbance FT-IR au sein de la région de l'empreinte digitale et les différents groupes fonctionnels correspondants pour les fibres lignocellulosiques des folioles de *H'mira*.

Le premier changement qui affecte cette région de l'empreinte digitale est observé dans le petit pic à 1733 cm^{-1} qui peut être attribuée au groupe carbonyle des hémicelluloses correspond à la liaison C=O (Rocha et al., 2020). L'intensité de cette bande est faible et diminuée après prétraitement alcalin avec une maximale diminution pour les deux échantillons prétraités par 12 et 18% NaOH. Cette diminution est expliquée par l'effet du prétraitement alcalin qui élimine certaines hémicelluloses. Cela est confirmé par les travaux de (AlMaadeed et al., 2013) sur les feuilles mâles et femelles des palmiers dattiers, qui enregistrent une diminution de la bande d'élongation 1735 cm^{-1} après prétraitement alcalin grâce à l'élimination de certaines hémicelluloses. Parallèlement (Gatt, 2019) confirme que la diminution du pic à 1735 cm^{-1} (liaison C=O du groupement acétyles des hémicelluloses) est causée par l'attaque alcaline qui provoque une rupture des liaisons au sein de la fraction hémicellulosique et avec la fraction ligneuse. Il est cité aussi que la diminution de l'intensité de bande d'absorbance de groupes fonctionnels responsable de l'hémicellulose démontre une diminution des hémicelluloses (Mustafa et al., 2018a). Des autres travaux réalisés par (Oushabi et al., 2017) rapportent une disparition complète de la bande d'absorption de 1745 cm^{-1} qui est attribuée au groupe carbonyle C=O après traitement à la soude. Ils expliquent cette disparition par l'hydrolyse des hémicelluloses en milieu alcalin. Alors que (Chaari et al., 2020) citent que le pic de 1736 cm^{-1} correspond de la liaison C=O des groupes lignine et ester et acide carboxylique de l'hémicellulose. Ils citent aussi que ce pic était présent dans les fibres brutes alors qu'il est complètement disparu après le traitement enzymatique. Cependant (Ilyas et al., 2018) enregistrent la présence de la bande située à 1719 cm^{-1} après traitement de blanchiment, quoique, ils enregistrent une disparition complète de cette bande après traitement alcalin et hydrolyse. Ils expliquent cette disparition par l'élimination de la lignine et des hémicelluloses à partir des fibres de palmier à sucre lors de l'extraction chimique.

Le deuxième changement qui affecte la région de l'empreinte digitale touche un pic plus

important que le pic précédent est observé à la bande 1615 cm^{-1} qui peut attribuer à la vibration d'élongation $C = C$ ou $C = O$ dans la région aromatique de la lignine. (Nabili et al., 2016) citent que la bande à 1616 cm^{-1} est attribuée à la vibration $C = C$ de la région aromatique de lignine. Alors que (Boumediri et al., 2019) attribuaient la bande 1604 cm^{-1} à la vibration d'élongation $C = O$ de groupe squelettique aromatique de la lignine. Une diminution importante de l'intensité du ce pic 1.615 cm^{-1} est enregistrée pour les folioles prétraitées par la dose 12% NaOH avec un décalage vers un nombre d'onde inférieur jusqu'à 1.559 cm^{-1} . Cette diminution indique une élimination importante de la lignine par cette dose de NaOH. Les mêmes remarques sont enregistrées par (Nabili et al., 2016). Autres travaux de recherche trouvent que la diminution de l'intensité de pic 1.600 (groupes aromatiques de la lignine) après prétraitement alcalin indique que ce type de prétraitement élimine la plupart des composants non cellulosiques liés à la lignine (Ventura-cruz et al., 2020). Le taux de diminution du même pic 1.615 cm^{-1} est moins important pour les folioles prétraitées par les deux autres doses 6% et 18% de NaOH avec un décalage vers des nombres d'ondes inférieurs de 1.595 et 1.571 cm^{-1} respectivement. Il important de signaler que ce pic est devenu plus intense avec l'échantillon prétraité par la dose (18% NaOH) que celle de l'échantillon prétraité par (6% NaOH) et celle du témoin lui même qui sont apparus plus larges. L'augmentation l'intensité de ce pic démontre une augmentation de temps de polymérisation (Urbaniak, 2012). C'est-à-dire cette dose de NaOH (18%) influe négativement sur le prétraitement du substrat de point de vue digestion anaérobie à cause du surdosage.

Le troisième changement est observé au niveau du petit pic 1.515 cm^{-1} qui est attribué à la vibration aromatique $C=C$ de la lignine et considérée comme la bande clé de la lignine (Horikawa et al., 2019), (Morales et al., 2018) et (Boumediri et al., 2019). Une diminution jusqu'à une quasi disparition de ce pic 1515 cm^{-1} est enregistré dans les spectres FT-IR pour les folioles prétraités avec 12 et 18% de NaOH indique une élimination majeure de la lignine lors des prétraitements. Les chercheurs (Horikawa et al., 2019) expliquent la diminution de l'intensité de la bande clé de la lignine à 1.508 cm^{-1} par le clivage de la principale liaison de la lignine $\beta\text{-O-4}$ provoqué par prétraitement alcalin à base de la solution d'hydroxyde de sodium. (Shao et al., 2020) aussi signalent une disparition de pic de la bande 1.515 cm^{-1} après un prétraitement par NaOH. Ils expliquent cette disparition par l'élimination de partie de la lignine et l'exposition de la cellulose lors du processus de prétraitement.

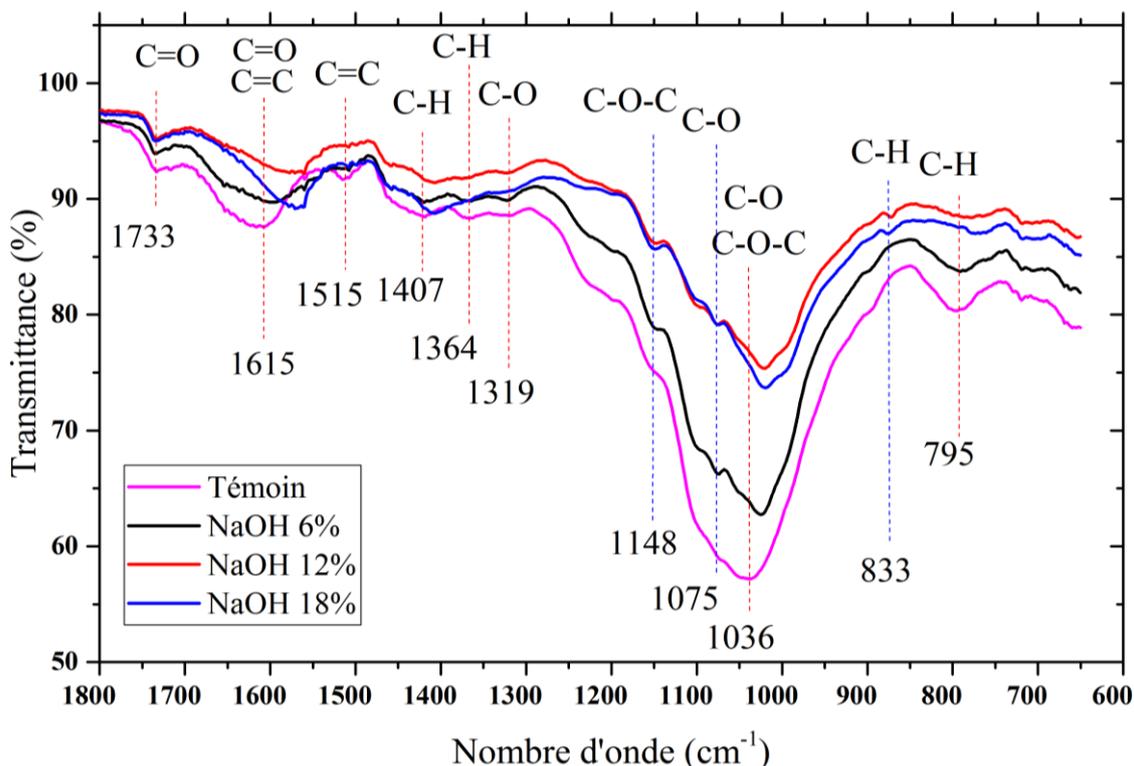


Figure 51 : Spectres FT-IR au sein de la région de l'empreinte digitale des fibres de foliole de la variété *H'mira* non traitées et traitées avec (6%, 12% et 18% NaOH).

(Laluce et al., 2019) parallèlement enregistrent la disparition du pic à 1510 cm⁻¹ après prétraitement grâce à l'élimination de la majeure partie de la lignine. Alors que ce pic est resté bien évident pour les folioles prétraitées avec 6% de NaOH mais moins intense que le témoin, cela est expliquée par la faible dégradation de substrat avec cette dose de NaOH. Les changements structurelles de la lignine permet d'exposer la cellulose et l'hémicellulose pour la biodégradabilité et les attaques microbiennes (Chufo et al., 2015).

Le quatrième changement qui affecte la région de l'empreinte digitale est enregistré au niveau de trois pics successifs à 1407 cm⁻¹, 1364 cm⁻¹ et 1319 cm⁻¹ qui ce sont des pics responsables de la lignine et l'hémicellulose. Ces pics attribués respectivement à la vibration d'élongation C-H dans la lignine, à la vibration de flexion C-H du cycle aromatique dans l'hémicellulose et à la vibration de flexion des groupes C-O de l'anneau aromatique sur la lignine (Ventura-cruz et al., 2020) et (Boumediri et al., 2019) (Hafemann et al., 2019) (Ouaddour et Berdaoui, 2019).

Dans cette région, l'effet de chaque dose d'hydroxyde de sodium est bien évident. Les meilleurs résultats sont obtenus toujours avec le substrat prétraité par la dose de 12% NaOH avec une diminution significative de l'intensité de ces trois pics, ce qui signifie une élimination importante de la lignine et de l'hémicellulose. Selon (Xue et al., 2020), la

diminution significative de l'intensité de ces pics est expliquée par le l'endommagement de la structure des chaînes latérales de la lignine ainsi que par la rupture des liaisons dans la lignine et les hémicelluloses ce qui rendre le substrat plus accessible aux attaque microbiennes. Dans les travaux de (Chufo et al., 2015) ils enregistrent une absence de la bande d'absorption 1379 cm^{-1} pour la paille de teff prétraité par le NaOH par rapport à la paille non traité. Ils expliquent cette absence par la libération des groupes $-\text{CH}_3$ et $-\text{CH}_2$ et la décomposition partielle des groupes aliphatiques. (Zheng et al., 2009b) citent que le prétraitement alcalin à base de NaOH a permis de diminué les intensités des bandes de tous les échantillons prétraité en comparaison de celle de échantillon témoin. Cette diminution de l'intensité des bandes reflète des changements structurels qui permettent d'améliorer la biodégradabilité de substrat prétraité en libérant le contenu glucidique et augmentant la porosité de substrat.

Concernant le substrat prétraité avec la dose de 18% NaOH, il est enregistré une disparition quasi totale des deux pics de 1364 cm^{-1} et 1319 cm^{-1} avec une augmentation remarquable de l'intensité du pic à 1407 cm^{-1} responsable à la lignine. Ces variations indiquent l'élimination de l'hémicellulose et l'augmentation de la teneur en composés ligneux. Les mêmes explications sont citées par (Fang et al., 2015) lorsque l'intensité du pic 1465 cm^{-1} responsables de la lignine devenue plus forte après le prétraitement alcalin des folioles et rachis des palmiers dattiers. Ce phénomène conduit à l'augmentation des teneurs de substrat en phénols et furfural ce qui est non bénéfique pour la digestion anaérobie et peut causer des inhibitions du processus. Alors pour le substrat prétraité par la dose de 6% NaOH, les trois pics restent comme ils sont presque, ce qui démontre que cette dose de NaOH a une faible influence sur la dégradation de substrat. (Li et al., 2011) aussi enregistrent des changements négligeables sur les données FT-IR lors de l'utilisation des prétraitements non convenables.

Passant au cinquième changement qui affecte la région de l'empreinte digitale qui est représenté par l'apparition des trois nouveaux pics (833 cm^{-1} , 1075 cm^{-1} et 1148 cm^{-1}) aux niveaux des spectres des substrats prétraité par rapport au spectre du substrat brute (témoin non traité). Ces trois pics sont attribués respectivement aux vibrations de basculement C – H de la cellulose, à la vibration d'élongation C – O de la cellulose et de l'hémicellulose et à la vibration d'élongation C-O-C responsable de la cellulose et de l'hémicellulose (Ilyas et al., 2019), (Nabili et al., 2016) (Gabhane et al., 2020) (Niaz et al., 2016) . Les deux pics de 1148 cm^{-1} et 833 cm^{-1} sont apparus seulement pour les substrats prétraités par les deux doses de NaOH celle de 12% et 18%, alors que le troisième nouveau pic de 1075 cm^{-1} est apparu pour tous les substrats prétraités par les trois doses de NaOH (6, 12 et 18%).

Tableau 17 : Les affectations des bandes d'absorbance FT-IR de la région de l'empreinte digitale et les différents groupes fonctionnels correspondants pour les fibres lignocellulosiques des folioles de *H'mira*.

Bande d'absorption	Intervalle	Groupes fonctionnels (Affectations possibles)	Référence
1733	1730	Lié aux liaisons C=O des cétones non conjuguées présentes dans l'hémicellulose	(Ventura-cruz et al., 2020)
1608	1604	Etirements et vibrations de squelette aromatique de lignine C=O	(Wang et al., 2019)
1515	1512	L'élongation C=C	(Xue et al., 2020)
	1515	L'élongation C-C du cycle aromatique de la lignine	(Shao et al., 2020)
1407	1440	Pourrait être attribuée à la vibration de flexion CH ₂ de la cellulose ou à la vibration C-H aromatique de la lignine.	(Morales et al., 2018)
1364	1432	Vibration du cycle aromatique de lignines	(Gatt, 2019)
	1367	Déformation C-H de la cellulose et de l'hémicellulose	(Wang et al., 2019)
	1379	Déformations symétriques et asymétriques C-H Holocellulose, Lignines	(Gatt, 2019)
1319	1318	Basculement du CH ₂	(Xu et al., 2019)
	1337	Vibration C-H, torsion O-H dans le plan Holocellulose, Lignines	(Gatt, 2019)
1148	1140-1185	C-O-C élongation antisymétrique de la cellulose	(Abdullah et al., 2020)
	1159	L'élongation du C-O-C au niveau des liaisons glycosidiques β- (1-4)	(Li et al., 2017)
	1151	C-O-C responsable de la cellulose et de l'hémicellulose	(Nabili et al., 2016)
1075	1061	C-O de la cellulose et de l'hémicellulose	(Nabili et al., 2016)
	1098	Responsable de la cellulose cristalline	(Fang et al., 2015)
	1076	Vibration de déformation C-O	(Ouaddour; et Berdaoui, 2019)
1036	1033	Liée aux vibrations d'élongation de C-O dans la lignine, l'hémicellulose et la cellulose	(Morales et al., 2018)
	1035	Elongation C-O, C=C, et C-C-O de la cellulose, lignine et hémicellulose	(Gatt, 2019)
	1033	L'anneau d'élongation C-O d'hémicellulose	(Boumediri et al., 2019)
833	1031	Dus à L'élongation C-O-C	(Akhtar et al., 2019)
	832	Bande C-H	(Guo et al., 2020)
	810, 870	O-C4, caractéristique de la liaison β-glycosidique de la cellulose	(Das et al., 2019)
795	845	Vibrations hors plan C-H en position 2, 5 et 6 de l'anneau de gaïacyle	(Ouaddour; et Berdaoui, 2019)
	751	Bande de déformation C-H	(Ouaddour; et Berdaoui, 2019)

Cette apparition de ces nouveaux pics pour les spectres des folioles prétraités par rapport aux folioles brutes est peut-être due à l'augmentation de la teneur en cellulose. La même remarque de l'augmentation de l'intensité du pic 893 cm⁻¹ après prétraitement qui indique une augmentation de la teneur en cellulose avec une diminution de sa cristallinité après le

prétraitement alcalin avec de l'hydroxyde de sodium est enregistrée par (Dong et al., 2019). Parallèlement, (Gu et al., 2015) citent que ces changements après un prétraitement alcalin démontrent une dépolymérisation de la cellulose avec élimination de la lignine. Cela est confirmé par les études de (Chaari et al., 2020) qui constatent que le prétraitement avec de l'hydroxyde de sodium conduit à une modification de la surface des fibres qui a contribué à une diminution importante du contenu amorphe. (AlMaadeed et al., 2013) confirment que le prétraitement alcalin à base de NaOH avait fait perdre aux folioles femelles et mâles une partie des hémicelluloses et de la lignine, aussi il avait fait perdre leur structure cristalline. Il est cité aussi que l'augmentation de l'intensité de ces bandes après le prétraitement est produite grâce à l'élimination croissante de la lignine qui conduit à une augmentation de la teneur relative en cellulose des échantillons (Yang et al., 2016).

Finalisant par le sixième changement qui touche la région de l'empreinte digitale qui est la diminution de l'intensité des pics 1.036 et 795 cm^{-1} pour tous les substrats prétraités et le décalage de ces derniers (Tableau 18). Ces trois pics englobent le pic le plus important dans tous les spectres FT-IR qui est le pic 1.036 cm^{-1} , ce pic est peut être attribué à l'anneau d'élongation C-O d'hémicellulose comme il est cité dans les travaux de (Boumediri et al., 2019). Une autre affectation pour ce pic est enregistrée dans les travaux de (Akhtar et al., 2019), il citent que ce pic est dû à l'élongation C-O-C. Il est cité aussi que ce pic est lié aux vibrations d'élongation de C-O dans la lignine, l'hémicellulose et la cellulose (Morales et al., 2018). Alors que d'autres études citent que ce pic est attribué à la vibration d'élongation C-O en cellulose et en hémicelluloses (Chaari et al., 2020). Une diminution importante de l'intensité de ce pic est enregistrée au niveau des substrats prétraités par 12% et 18% NaOH avec une maximale diminution pour la dose 12% NaOH. La diminution de l'intensité de ce pic est accompagnée par un décalage vers un nombre d'onde inférieur pour devenir 1021 et 1.019 cm^{-1} respectivement. Le décalage des bandes peut être dû à la présence des interactions intermoléculaires ou bien à la diffusion du rayonnement IR dans la structure de la poudre de substrat (Urbaniak, 2012).

Il est rapporté que la diminution de l'intensité de ces pics est attribuée à des changements structuraux de la cellulose et de l'hémicellulose (Xue et al., 2020). Par ailleurs, une faible diminution de l'intensité de ce pic avec un décalage vers 1.025 cm^{-1} est enregistrée au substrat prétraité par 6% NaOH. Concernant l'intensité de pic 795 cm^{-1} est très faible en comparaison avec le pic précédent (1.036 cm^{-1}). Ce pic est peut-être attribué à la bande de déformation C-H (Ouaddour; et Berdaoui, 2019).

Tableau 18 : Influence du prétraitement alcalin des folioles de variété de *H'mira* sur le décalage des banes des spectres FT-IR

Groupes fonctionnels (affectations possibles)	Bande d'absorption				Polymer
	Témoin (Brute)	NaOH 6%	NaOH 12%	NaOH 18%	
O-H	3328	3304	3337	3278	Cellulose, hémicellulose et lignine
C-H	2918	2918	2916	2916	Cellulose, hémicellulose et lignine
C-H	2849	2849	2849	2849	Cellulose, hémicellulose et lignine
C=O	1733	1735	1733	1735	Hémicellulose
C=O	1615	1595	1559	1571	Lignine
C=C	1515	1507	-----	-----	Lignine
CH ₃ , CH ₂	1418	1420	1407	1407	Lignine
C-H	1367	1364	-----	-----	Hémicellulose
C-O	1319	1321	1323	1339	Lignine
C-O-C	-----	1144	1148	1148	Cellulose, hémicellulose
C-O	-----	1075	1075	1075	Cellulose hémicellulose
C-O, C-O-C	1038	1025	1021	1019	Cellulose, hémicellulose et lignine
C-H	-----	-----	833	833	Cellulose
C-H	795	792	779	760	Cellulose
-----	Disparition des bandes				
1144	Apparition des nouveaux pics				
0792	Décalage vers des nombres d'ondes inférieurs				
1321	Décalage vers des nombres d'ondes supérieurs				

Une diminution très importante de l'intensité de ce pic qui est devenu plus large en comparaison avec celle du témoin plus un décalage vers des nombres d'ondes inférieurs est enregistrée pour les deux échantillons prétraités par 12 et 18% NaOH avec une maximale diminution pour la dose 12% NaOH. (Liao et al., 2020) citent que la forte diminution et le décalage de cette bande C-H est produit lors de la dé cristallisation partielle de cellulose par la production et la formation d'autres emballages de cristaux de cellulose. Contrairement à l'échantillon prétraité par 6% NaOH qui connaitre une faible diminution de l'intensité de ce pic sans aucun décalage. Cela est expliqué par la faible influence de cette dose de NaOH (6%) sur le prétraitement de substrat.

IV.4.2.3 Synthèse de l'interprétation des spectres FT-IR

A partir des résultats des spectres FT-IR abordé en-dessus, il est bien évident que tous les échantillons prétraités par le NaOH possèdent des intensités des bandes inférieures à celle de l'échantillon témoin.

Le substrat prétraité par la dose 12 % de NaOH possède les intensités des bandes les plus faibles, suivi par les substrats prétraités par les doses 18 et 6 % de NaOH respectivement. Les meilleures performances en termes de digestion anaérobie sont enregistrées pour l'échantillon prétraité par la dose 12%NaOH. En dehors de la région de l'empreinte digitale il est enregistré une diminution importante des pics 3328 cm^{-1} , 2918 cm^{-1} , 2849 cm^{-1} causée par la perturbation des liaisons d'hydrogène intermoléculaires dans la lignine et de l'hémicellulose, la dégradation des glucides et la rupture des liaisons au sein de la fraction hémicellulosique avec la fraction ligneuse accompagné d'élimination importante de la lignine par cette dose de NaOH. Passant au sein de la région de l'empreinte digitale il est enregistré une élimination majeure de la lignine par la disparition des pics responsables de ce dernier (1515 cm^{-1} et 1407 cm^{-1}). Il est enregistré aussi une diminution des pics responsable de la lignine et l'hémicellulose (1608 cm^{-1} , 1367 cm^{-1} et 1319 cm^{-1}) qui indique un endommagement de la structure des chaînes latérales de la lignine et la rupture des liaisons dans la lignine et les hémicelluloses ce qui rendre le substrat plus accessible aux attaque microbiennes. Il est enregistré aussi dans la même région pour la même dose de NaOH 12%, l'apparition des trois nouveaux pics (833 cm^{-1} , 1075 cm^{-1} et 1148 cm^{-1}) responsable de la cellulose et de l'hémicellulose, cette apparition est peut-être due à l'augmentation de la teneur en cellulose avec une diminution de sa cristallinité et la dépolymérisation de cette dernière. Cette apparition indique aussi la perte d'une partie importante des hémicelluloses et de la lignine. Signalant aussi dans la même région une diminution des pics 1.733 cm^{-1} , 1.036 cm^{-1} et 795 cm^{-1} responsable de cellulose et d'hémicelluloses attribué à des changements structurale au niveau de ces derniers polymères. Il est enregistré également un décalage de ces pics vers des nombres d'ondes inférieurs produit lors de la décristallisation partielle de cellulose par la production et la formation d'autres emballages de cristaux de cellulose.

Arrivant au substrat prétraité par la dose de 18% NaOH, des grandes variations qui touches le spectre cette dose sont enregistrés comme la diminution importante des intensités des pics 3.328 cm^{-1} , 2.918 cm^{-1} , 2.849 cm^{-1} , 1.733 cm^{-1} , 1.036 cm^{-1} et 795 cm^{-1} , la disparition des pic responsable de de la lignine (1.515 et 1.319 cm^{-1}) et l'apparition des trois nouveaux pics (833 cm^{-1} , 1.075 cm^{-1} et 1.148 cm^{-1}) responsable de la cellulose et de l'hémicellulose. Malgré ces variations sauf qu'elles sont différent à celle des variations qui touchent les pics de substrat

prétraité par la dose 12%. Ceci est confirmé par l'augmentation remarquable de l'intensité des pics 1.608 cm^{-1} et 1.407 cm^{-1} responsables à la lignine qui indiquent une élimination de l'hémicellulose et une augmentation de la teneur en composés ligneux ainsi que l'augmentation de temps de polymérisation. Ce phénomène conduit à l'augmentation des teneurs de substrat en phénols et furfural ce qui provoque une inhibition de la performance de la digestion anaérobie en termes de la vie microbienne au sein de digesteur. Cela démontre que la dose de 18% NaOH dépasse la dose optimale.

Finalisant par le substrat prétraité par la dose de 6%NaOH, qui est malgré les petites variations qui touchent le spectre de ce substrat comme l'apparition d'un nouveau pic responsable de la cellulose dans la région de l'empreinte digitale 1075 cm^{-1} et la faible diminution de l'intensité des bandes, sauf que l'allure générale de ce spectre est presque semblable de celle de témoin et plus proche de ce dernier. Cette remarque démontre que cette dose de NaOH (6%) à une faible influence sur la dégradation de substrat, donc elle est insuffisante.

A travers cette synthèse, il est bien évidant que la dose de 12% de NaOH est la dose optimale en termes de digestion anaérobie pour le prétraitement des folioles de la variété *H'mira*, elle provoque des changements structuraux suffisants de ce substrat qui n'affecte pas les performances des réacteurs, alors que la dose de 6%NaOH ne suffise pas et la dose 18% NaOH provoque des changements structuraux qui affecte les performances des réacteurs. Les résultats obtenus montrent aussi que la technique utilisée (FT-IR) est un outil efficace et rapide pour caractériser les modifications de la structure chimique ainsi que les propriétés fonctionnelles des matériaux lignocellulosiques de substrat étudié d'une façon qualitative.

IV.4.3 La digestion anaérobie en continu des folioles avec un prétraitement chimique

L'étude de la DA de l'inoculum permet de bien préparer pour le lancement des digesteurs de type continus. Durant la période de démarrage, l'inoculum seul (la boue) préparé au niveau du laboratoire de l'équipe bioconversion de l'URERMS d'Adrar est utilisé avec une charge organique de $0,61\text{ g MO/L/jour}$, il est prélevé de la même station de lagunage de la ville d'Adrar. Cette charge organique est augmentée à une valeur de 2 g MO /L/jour lors de l'ajout de substrat. Le taux de la charge organique (ChO) est adapté selon le type de substrat prend des valeurs optimales toujours selon la littérature. Le substrat utilisé est le même représenté par les folioles de la variété *H'mira* prétraité avec du NaOH 6%, 12% et 18% et non traité. Le temps de rétention hydraulique (TRH) est fixé sur des valeurs optimales aussi selon la littérature (THR= 15 jours). Deux périodes principales sont enregistrées, une période de démarrage estimé

de 35 jour suivi d'une période d'alimentation par substrat estimé de 101 jours pour obtenir à un totale de 136 jours (durée de l'expérience).

IV.4.3.1 Suivi du pH durant la DA en continue des folioles en utilisant un prétraitement physico-chimique

La Figure 52 montre les variations du pH en fonction du temps pour les quatre digesteurs en continu. Plus précisément, il représente le pH de l'effluent, c'est-à-dire le liquide à la sortie des digesteurs. Le suivie des valeurs du pH de l'effluent permet de tracer la stabilité du système de digestion anaérobie à travers l'équilibre entre les acides et les bases (Li et al., 2019). A partir de la courbe du pH, les deux périodes, celle de démarrage (inoculum seul) et celle de deuxième phase (inoculum plus substrat) sont nettement distinguées.

Durant la période de démarrage des trente-cinq premières jours (35 jours), les valeurs du pH sont identiques pour tous les réacteurs et restent relativement élevées et stables aux alentours de 8 et 8,1. Les valeurs élevées du pH peut être due à la teneur élevée de l'inoculum en Ammoniac. Par ailleurs, selon la littérature, l'Ammoniac étant les substances alcalines primaires, est un agent clé responsable de la neutralisation des acides gras libres et de la stabilisation du pH (Li et al., 2015).

Egalement, la boue utilisée comme inoculum provient de la station d'épuration des eaux usées domestiques. Ces boues sont généralement riches en protéines, peptides et acides aminés et ses teneurs en Azote reflétant cela. La dégradation de ces constituants durant la digestion anaérobie (préparation de l'inoculum) provoque la formation de l'Ammoniac (Li et al., 2018). Parallèlement, certains auteurs signalent que la lysine décarboxylase convertisse la lysine (acide aminé des protéines) en un produit alcalin (cadavérine) qui neutralise l'environnement acide du digesteur (Kunacheva et al., 2017).

Durant la deuxième période (substrat plus inoculum), trois phases principales sont enregistrées : La première phase s'appelle d'adaptation du 36^{ème} au 56^{ème} jour (première phase) ou bien la phase de choc. (Liu et al., 2015) appellent cette première phase d'adaptation et d'acclimatation par la phase de choc de la charge organique qui provoque un déséquilibre de la communauté microbienne. La deuxième phase s'appelle d'adaptation du 57^{ème} au 100^{ème} jours (deuxième phase), la dernière phase s'appelle de stabilisation du 101^{ème} jours jusqu'à la fin de l'expérience.

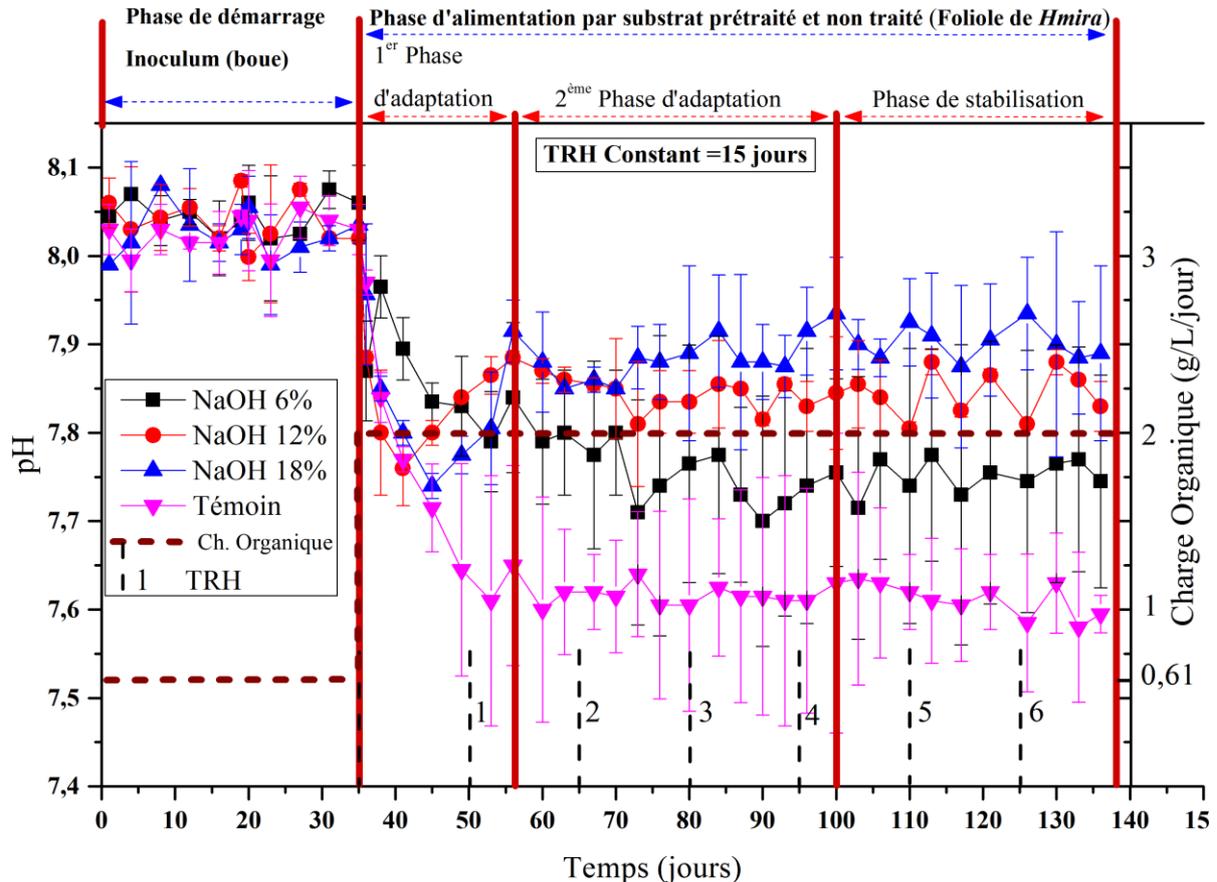


Figure 52: Variation du pH en fonction du temps durant de la DA des folioles de *H'mira* non traité et prétraité par le NaOH dans un digesteur de type continu

Durant la première période d'acclimatation et d'adaptation qui s'appelle aussi la phase de choc (du 36^{ème} au 56^{ème} jour), les valeurs du pH sont rapidement diminuées dans tous les digesteurs à partir du premier jour d'alimentation avec une variation d'un digesteur à un autre et devient inférieure à 7,9. Une étude similaire indique une diminution du pH juste après la période du démarrage d'une valeur de 7,6 à 7,4 (Masebinu et al., 2018). Cette diminution des valeurs du pH est due d'une part à l'ajustement du pH des substrats avant l'alimentation des digesteurs à des valeurs entre 6,8 et 7,2 (plage optimale pour les bactéries méthanogènes), et d'autre part à la production des acides gras volatiles durant la digestion anaérobie. (Li et al., 2020) enregistrent les mêmes remarques. En outre, le pH de l'effluent (à la sortie des digesteurs) est nettement supérieur à celui de l'affluent (à l'entrée des digesteurs). L'augmentation des valeurs de pH de l'effluent est due essentiellement à la capacité tampon élevée de milieu qui est due à sa forte alcalinité, ce qui a permis de maintenir un équilibre entre acidogénèse et méthanogénèse comme décrite par (Tao et al., 2020). Dans les systèmes de digestion anaérobie, les valeurs du pH indiquent l'équilibre acide-base, l'équilibre carbonaté et l'équilibre des AGV (Liu et al., 2012).

La deuxième phase toujours d'adaptation (du 57^{ème} au 100^{ème} jours) elle a duré trois cycle d'alimentations (3 TRH). (Liu et al., 2015) Ils signalent que la stabilisation du processus se reproduit après environ trois fois le temps de rétention hydraulique (TRH). Les valeurs du pH se distinguent aussi d'un digesteur à un autre. L'influence de la dose de NaOH dans les prétraitements est nettement évidente. Les plus faibles valeurs du pH sont enregistrées dans le digesteur témoin sans prétraitement avec une marge qui comprise entre 7,55 et 7,65. En deuxième position le digesteur prétraité avec du NaOH 6% avec une marge du pH qui est comprise entre 7,7 et 7,8. En troisième position le substrat prétraité avec du NaOH 12% avec une marge du pH qui est comprise entre 7,8 et 7,88. A la dernière position le digesteur contenant un prétraitement avec du NaOH 18% avec une marge du pH qui comprise entre 7,85 et 7,93. Ce phénomène est expliqué par l'effet rétroactif du prétraitement sur les valeurs de pH durant la digestion. Des remarques sont enregistrées bien avant l'alimentation des digesteurs, et exactement durant l'ajustement du pH, démontrent que malgré l'ajustement du pH à des valeurs inférieures à 6, cependant il revient à son état initial après certain moment, ce qui nécessite une patience et répétition de l'ajustement à plusieurs reprises. Ce phénomène influence les valeurs du pH ultérieurement durant la digestion anaérobie. Un cas pareil est enregistré dans les travaux de (Xu et al., 2020) qui observent une baisse du pH de digesteur témoin jusqu'à 6,7, alors que les tiges du maïs prétraité sauvegarde un pH proche de la neutralité entre 7,0–7,5 grâce au prétraitement alcalin (NaOH) qui prévenir la baisse du pH lors de la digestion.

Durant la phase de stabilisation les valeurs du pH pour tous les réacteurs sont nettement distinguées. L'influence du prétraitement alcalin sur les valeurs du pH est bien évident, les fortes valeurs sont enregistrées par le réacteur contenant le substrat prétraité par 18% NaOH avec une marge entre 7,88 et 7,94, suivi par les réacteurs contenant les substrats prétraités par 12%NaOH, 6% NaOH et le réacteur témoin avec respectivement des marges entre (7,81 et 7,87) et (7,72 et 7,78) et (7,58 et 7,64). Parallèlement, les études de (Koyama et al., 2017) sur l'effet du prétraitement alcalin sur la digestion anaérobie des macrophyte immergé démontrent que le substrat non traité dans les conditions mésophiles possède un pH inférieur à celle prétraité dans les mêmes conditions. Ils ont expliqué cette différence du pH par l'augmentation de la teneur de liquide de digestion en hydroxydes, en carbonates et en bicarbonates ce qui a entraîné une alcalinité élevée. Ces teneurs en composés alcalins produits grâce à l'augmentation de la dissolution du calcium, du magnésium ou de l'ammoniac contenu dans les macrophyte qui sont libéré par le prétraitement alcalin.

IV.4.3.2 La variation de la DCO en fonction du temps durant la DA en continue des folioles en utilisant un prétraitement physico-chimique

Les valeurs de la DCO ont été calculées à partir de l'effluent à la sortie des digesteurs qui représentent la liqueur de fermentation.

Deux phénomènes principaux sont responsables sur la variation de la DCO : d'une part l'hydrolyse rapide des déchets avant le début de la phase active de production de méthane conduit à une augmentation de la concentration en DCO et d'autre part la diminution de la concentration de la DCO est liée directement ou indirectement par la méthanogénèse de l'acétate et du H_2/CO_2 (Arij et al., 2018) (Boulangier et al., 2012).

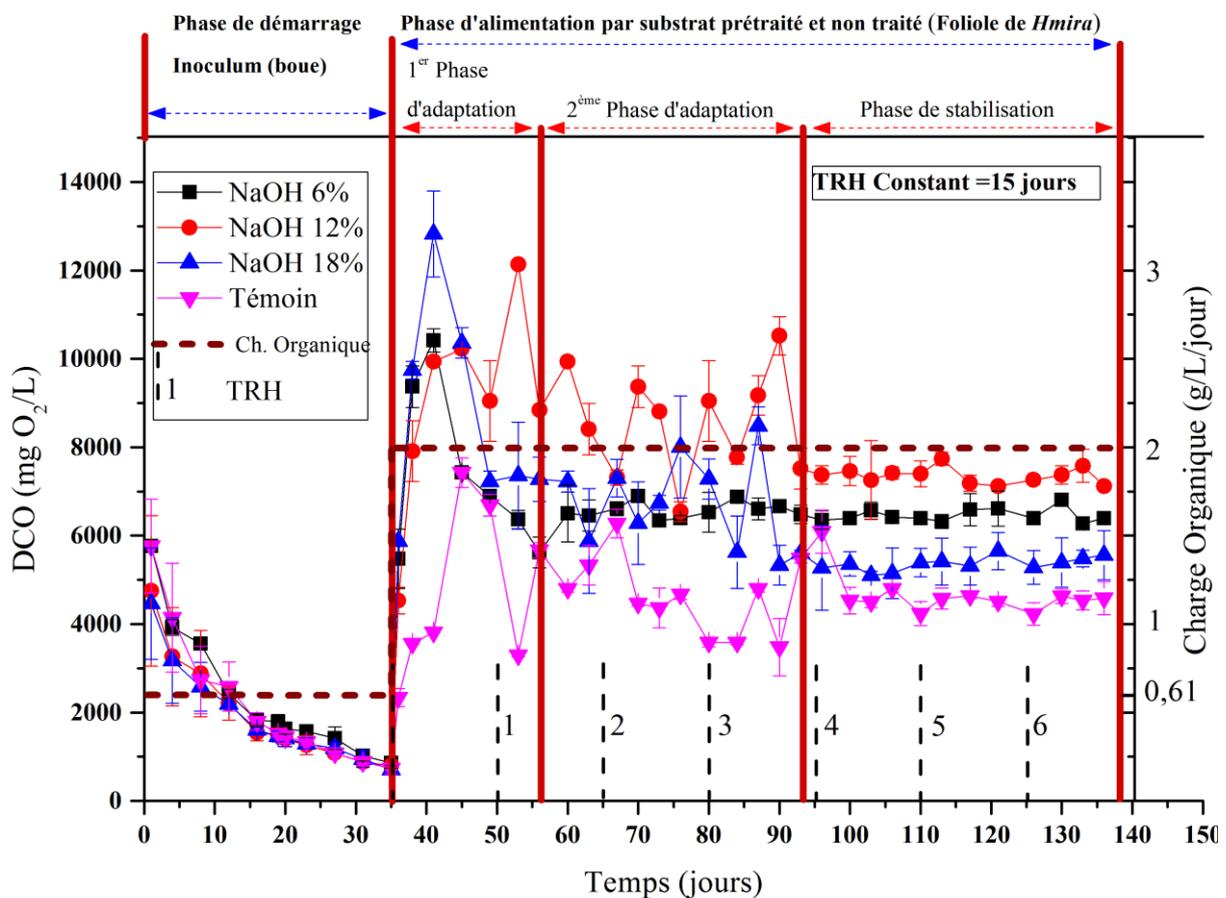


Figure 53: variation du DCO en fonction du temps durant de la DA des folioles de la variété de *H'mira* non traité et prétraité par le NaOH dans des digesteurs de type continus

Initialement au cours de la période de démarrage, les valeurs de la DCO pour tous les réacteurs sont presque semblables et diminuent continuellement, passant de près de 6.000 mg d'O₂/L le premier jour à moins de 1.000 mg d'O₂/L le 35^{ème} jour (Figure 53). Cette diminution est produite grâce aux prélèvements continus à partir d'un réacteur de type batch actif au niveau du laboratoire de l'URERMS d'Adrar. La forte élimination de la DCO durant la période de

démarrage démontre une dégradation quasi-totale de la matière organique biodégradable provenant de l'inoculum, elle permet d'exploiter les microorganismes de ce dernier en évitant le maximum le méthane endogène durant la phase ultérieure. Une étude semblable enregistre une forte diminution de la DCO durant la phase du démarrage (élimination quasi-totale de la DCO de 93%) à cause de recyclage de l'effluent qui a été circulé en continu pendant 34 jours ce qui a entraîné une dégradation majeure de la MO biodégradable (Jianfeng et al., 2020).

Au cours de la deuxième période (période d'alimentation par substrat), le graphe de la DCO varié complètement pour tous les réacteurs. Pour cela, durant la deuxième période, trois phases principales sont apparues :

La première phase du 36^{ème} au 56^{ème} jour, la deuxième phase du 53^{ème} au 93^{ème} jours, la dernière phase du 94^{ème} jours jusqu'à la fin des expériences. Les deux premières phases correspondent à la période d'acclimatation et d'adaptation des micro-organismes avec le nouveau substrat, alors que la dernière phase correspond à la période de stabilisation. Les mêmes remarques sont enregistrées par (Lavergne et al., 2020) lorsque ils testent un substrat provient de source différent de celle de l'inoculum, ils remarquent que les micro-organismes nécessitent une période d'acclimatation avant la stabilisation de production pour réduire la concentration initiale en AGV et par conséquent en DCO.

Concernant la période d'acclimatation et d'adaptation des micro-organismes avec le nouveau substrat elle commence par une augmentation rapide des valeurs de la DCO au début de cette phase (première phase) pour tous les réacteurs. La durée de cette phase est estimée à une période de vingt jours du 36^{ème} au 56^{ème} jour, elle est considérée comme le début de la période d'acclimatation, elle s'appelle aussi la phase de choc. L'augmentation de la DCO durant cette période est expliquée par la dégradation rapide des molécules complexes de substrat hydrolysé préalablement, ainsi que par la faible quantité de substrat et la grande quantité de l'inoculum. La différence de la durée de la période de début d'acclimatation d'un digesteur à un autre est essentiellement due au degré d'hydrolyse de substrat de ces derniers. Plus que l'hydrolyse est fort plus que cette période est longue et vice-versa.

La plus grande valeur de la DCO est enregistrée au niveau de digesteur contenant le substrat prétraité avec du NaOH de 18 % avec une valeur qui rapproche les 12.800 mg d'O₂/L au 41^{ème} jour. En deuxième position le digesteur contenant le substrat prétraité 12% de NaOH avec une valeur aux environs de 12.100 mg d'O₂/L au 52^{ème} jour. Alors qu'en troisième et quatrième position les digesteurs contenant le substrat prétraité 6% de NaOH et le digesteur témoin avec des valeurs de DCO de 10.400 et 7.400 mg d'O₂/L environ au 41^{ème} et 45^{ème} jour respectivement. Ces résultats de DCO indiquent que l'hydrolyse de substrat avant digestion

influe positivement sur le taux de sa dégradation. Certains chercheurs indiquent que la présence des AGV est principalement responsable à la quantité de la DCO soluble. Un fort hydrolyse produit une quantité importante des AGV provoquant une augmentation de la DCO (Eftaxias et al., 2020).

Au cours de la seconde phase d'acclimatation (deuxième phase), qui commence du 53^{ème} au 93^{ème} jour une déstabilisation des valeurs de la DCO est nettement remarquée pour tous les réacteurs sauf pour le réacteur contenant le substrat prétraité avec 6% de NaOH qui commence de se stabiliser très tôt dès le 60^{ème} jour. Cette phase est estimée à une période de 40 jours, elle est considérée comme le temps maximal nécessaire pour l'adaptation des micro-organismes avec le nouveau substrat.

Le réacteur contenant le substrat prétraité avec 12% de NaOH est caractérisé par des fortes valeurs de DCO toute au long de cette période. Ce phénomène indique que le substrat est bien hydrolysé avec cette concentration de NaOH d'une part et de la faible teneur en inhibiteurs (furfural et phénol) d'autre part, alors que les faibles valeurs sont enregistrées dans le digesteur témoin, bien que le digesteur contenant le substrat prétraité par 18% de NaOH commence par des valeurs élevées plus que celles enregistrées au niveau de réacteur contenant le substrat prétraité par 6% de NaOH et se termine par des valeurs faibles de celui-ci. Cela est peut-être expliqué par la forte dégradation de substrat, mais en même temps par la forte présence des inhibiteurs (furfural et phénol), ce qui limite la dégradation de substrat par la suite. Concernant la stabilisation très tôt des valeurs de DCO au niveau du réacteur contenant le substrat prétraité avec 6% de NaOH est peut être expliquée par l'absence des inhibiteurs au niveau de ce réacteur. Dans les études de (Bala et al., 2019) sur le prétraitement alcalin de la fraction organique des déchets solides municipaux ils utilisent quatre concentrations en NaOH, ils trouvent que les doses élevées de NaOH provoque une dégradation importante de la lignine ce qui conduit à production des teneurs élevées en composés phénoliques. Alors que la toxicité phénolique inhibe la croissance microbienne ce qui limite la dégradation de la MO responsable à l'augmentation des valeurs de la DCO.

Durant la période de stabilisation (la dernière phase) du 94^{ème} jour jusqu'à la fin des expériences, les différents réacteurs sont bien distincts et bien stables. Les plus fortes valeurs de la DCO sont enregistrées au niveau de réacteur contenant le substrat prétraité avec 12% de NaOH avec une moyenne de 7.300 mg d'O₂/L. En deuxième et en troisième position les réacteurs contenant 6% et 18% de NaOH avec une moyenne de DCO de 6.300 et 5.300 mg d'O₂/L respectivement. A la dernière position le réacteur témoin avec une moyenne de DCO de 4.500 mg d'O₂/L. Les mêmes constatations sont rapporté par (Chen et al., 2020) qu'ils trouvent

que les substrats prétraités possèdent un DCO plus élevé que celles non traitées grâce à l'influence du prétraitement qui augmente la solubilisation de la MO du substrat. Parallèlement (Koyama et al., 2017) enregistre une accumulation de précipité d'acide qui conduit à une augmentation de la DCO du substrat prétraité (prétraitement alcalin) à des valeurs beaucoup plus élevées par rapport à celle non traitées dès le début de l'alimentation par le substrat.

IV.4.3.3 Volume quotidien en méthane en fonction du temps

Pour vérifier l'influence de prétraitement alcalin à base de NaOH (6%, 12% et 18%) sur le volume en méthane dans des réacteurs en continu au niveau du laboratoire, les courbes de variation de production en méthane en fonction du temps sont établies et représentées dans la Figure 54. Durant la période de démarrage qui commence dès le 1^{er} jour jusqu'au 35^{ème} jour, les valeurs de production quotidienne en méthane pour tous les réacteurs sont presque identiques car ils sont alimentés avec l'inoculum seulement. La production en méthane commence par une valeur moyenne de 79 ml CH₄/ jour et se diminue continuellement pour se stabiliser à une valeur moyenne de 24 ml CH₄/ jour dès le vingt-troisième jour jusqu'aux trente cinquième jour. La diminution et la stabilisation de production du biogaz indiquent la fin de la période du démarrage. Cette diminution est due essentiellement au prélèvement continu à partir de même réacteur de type batch actif au niveau du laboratoire contenant la boue de station de lagunage de la ville d'Adrar comme inoculum. Il reflète l'épuisement de MO dégradable au niveau du digesteur (minimisation de taux du méthane endogène) ainsi que l'augmentation du taux des archées méthanogène qui ce sont des conditions favorables pour le début d'alimentation des digesteurs par le substrat. (Jianfeng et al., 2020) aussi trouvent que l'activité des archées méthanogènes augmente à mesure que la phase du démarrage se progresse malgré la diminution de taux de production en méthane jusqu'à plus de 82% par rapport au début de cette phase.

Après la période de démarrage, les substrats prétraités avec du NaOH à des différentes concentrations (6%, 12% et 18%) plus le témoin sans prétraitement sont ajoutés progressivement aux réacteurs avec une charge organique de 1,4 g/700 ml/jour soit 2g/L/jour (période d'alimentation par substrat). Les valeurs de méthane sont extrapolées à l'équivalence de ml de CH₄/2gMO ajoutés /jours

Comme la DCO, durant la deuxième période, trois phases principales sont apparues avec une légère différence de celle de la DCO : La première phase correspond à l'effet initial d'alimentation par le substrat qui correspond à la 1^{ère} phase d'acclimatation et d'adaptation des micro-organismes avec le nouveau substrat (du 36^{ème} jour au 58^{ème} jour). La deuxième phase

d'adaptation et d'acclimatation des micro-organismes avec le nouveau substrat (du 59^{ème} jour au 95^{ème} jour), alors que la dernière phase correspond la période de stabilisation (du 96^{ème} jour jusqu'à la fin des expériences).

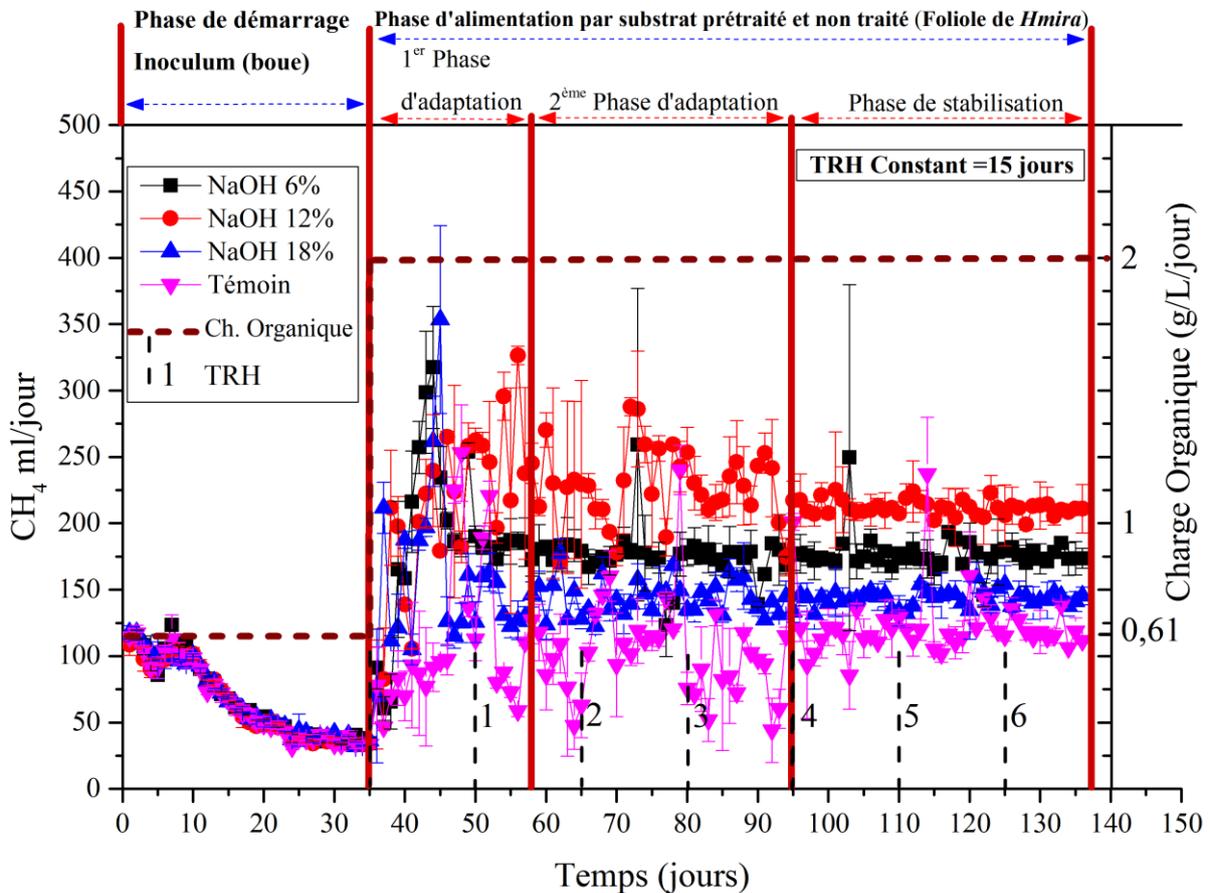


Figure 54: Variation quotidien de volume en méthane en fonction du temps durant de la DA des folioles de la variété de *H'mira* non traité et prétraité par le NaOH dans des digesteurs de type continu

Durant la 1^{ère} phase d'adaptation et d'acclimatation du 36^{ème} jour au 58^{ème} jour qui s'appelle aussi la phase de choc, l'effet initial d'alimentation par le substrat traité avec des différentes concentrations en NaOH plus le témoin sur la production en CH₄ dans tous les réacteurs est bien évident par la nette augmentation de la production en méthane. Cette forte augmentation initiale de production en méthane est différente d'un réacteur à un autre. Elle persiste durant une période de 22 jours. La plus forte valeur de production en CH₄ durant cette période est enregistrée au niveau du réacteur contenant le substrat prétraité avec 18% de NaOH, avec une valeur de 353 ml de CH₄ /jour au neuvième jour. En deuxième, troisième et quatrième position les digesteurs contenant les substrats prétraités par 6% de NaOH, 12 % de NaOH et le digesteur témoin et avec des valeurs de 317, 264 et 253 ml de CH₄ /jour sur des périodes de 8, 12 et 8 jours respectivement. La forte augmentation de la production en CH₄ durant cette

période est due à la transformation rapide de la DCO en méthane par le fait de l'activité microbienne intense ainsi que à la faible quantité de substrat par rapport à l'inoculum. Conformément à des études précédentes sur le gâteau de filtre de canne à sucre (Leite et al., 2019) qui utilisent des prétraitements thermique et thermo-alkalin, ils ont observé une différence entre les réacteurs prétraités et celle non traités au début de la période d'acclimatation avec une amélioration de 8,6%. Les mêmes remarque ont été enregistrées par (Jianwei et al., 2020)

Durant la deuxième phase d'adaptation et d'acclimatation du 59^{ème} au 95^{ème} jour, les mêmes remarques comme la DCO ont été enregistrées avec un léger changement. La déstabilisation de la production quotidienne en CH₄ durant cette période est différente d'un réacteur à un autre. La forte déstabilisation est enregistrée au niveau des réacteurs contenant le substrat prétraité avec 12% de NaOH et le réacteur témoin. Ce phénomène est terminé au 92^{ème} jour pour le réacteur contenant le substrat prétraité par 12% de NaOH avec de fortes productions en CH₄ qui atteint jusqu'à 326 ml de CH₄ / jour et dépasse les 229 ml de CH₄ / jour pour la majorité du temps. En revanche, pour le réacteur témoin, le phénomène persiste jusqu'à la fin de digestion avec de faibles productions en CH₄ qui comprise entre 100 et 114 ml de CH₄ / jour pour la majorité du temps. Cela est expliqué par la libération et à la dissolution ultérieure des substances organiques difficilement biodégradables. Une déstabilisation moins intense est enregistrée au niveau du réacteur contenant le substrat prétraité avec 18% de NaOH et avec un taux de production moyenne en CH₄ qui compris entre 129 et 157 ml de CH₄ /jour pour la majorité du temps. La présence des inhibiteurs limite l'augmentation de la production en méthane au niveau de ce réacteur. Plusieurs auteurs ont rendu compte de l'effet inhibiteur des acides phénoliques résultants à la libération de fragments de lignine ce qui affecte la croissance des bactéries (Bala et al., 2019). Concernant le réacteur contenant le substrat prétraité avec 6% de NaOH, la production en CH₄ stabilise très tôt dès le 50^{ème} jour à des valeurs comprises entre 171 et 186 ml de CH₄ / jour pour la majorité du temps à cause de l'absence des inhibiteurs au niveau de ce dernier.

Durant la dernière phase (la période de stabilisation) qui commence à partir du 96^{ème} jour jusqu'à la fin des expériences, la production en méthane des quatre réacteurs prétraités avec du NaOH et non traité se stabilisent avec une nette distinction à des moyennes de 214, 171, 143 et 107 ml de CH₄ /jour pour les réacteurs contenant les substrats prétraités avec 12%, 6% et 18 % de NaOH et le réacteur témoin respectivement. Les mêmes constatations sont enregistrés par (Liu et al., 2018). Les taux de production en méthane correspondent des améliorations par rapport au témoin de 2, 1,6 et 1,33 fois pour les réacteurs contenant les substrats prétraités avec 12%, 6% et 18 % de NaOH respectivement. En comparaison avec les

études de (Janke et al., 2017) qui traitent la paille de canne à sucre broyer par le NaOH, ils obtient à une amélioration du rendement en méthane par rapport au substrat non traité de 1,11 fois seulement pour la concentration optimale.

Cela démontre l'importance du prétraitement adéquat avant digestion qui permet une transformation rapide du substrat biodégradé et hydrolysé préalablement par le NaOH 12%, ainsi qu'à la présence de faible quantité d'inhibiteurs qui nécessitent une durée plus longue d'adaptation. (Shrestha et al., 2017) signalent que la transformation des produits d'hydrolyse de la biomasse lignocellulosique en AGV et par conséquent en biogaz nécessite une dégradation ultérieure par la communauté microbienne de DA.

IV.5 Evaluation des capacités énergétiques du bio-méthane produit par les folioles sèches de la variété *H'mira* de la région d'Adrar

L'évaluation de la quantité d'énergie produite à travers le méthane résultant de la digestion anaérobie des folioles elle se base sur deux paramètres importants. Le premier paramètre est lié à la quantité du bio-méthane produite chaque année par ce type de déchet. Le deuxième paramètre est lié à l'équivalence de cette quantité de bio-méthane en énergie.

IV.5.1 La quantité du bio-méthane produite annuellement

Sur la base de rendement expérimentale en méthane (RM) estimé en ml/g de MO, ainsi que sur la base de la quantité des déchets (QD) produite annuellement, la quantité en méthane produite annuellement (MA) est calculée comme suit

$$RM = 130 \text{ ml/g de MO} = 130 \text{ m}^3/\text{Tonne de MO}$$

$$QD = 12.063,2 \text{ Tonne/an} = 9.855,63 \text{ Tonne de MO /an}$$

$$MA = RM \times QD = 9.855,63 \times 130 = 1.281.232,47 \text{ m}^3/\text{an}$$

La quantité du biogaz produite annuellement est estimé de 1.281.232,47 m³ /an

IV.5.2 Les capacités énergétiques du bio-méthane produite annuellement

La quantification des capacités énergétiques du bio-méthane produites annuellement par les folioles elle se base sur la quantité en méthane produite annuellement (MA) multiplié par le pouvoir calorifique inférieur PCI du méthane qui est estimé de 9,96 KWh/m³

$$E = MA \times PCI = MA \times 9,96$$

L'énergie produite annuellement par le méthane d'origine des folioles des palmiers dattier de la variété *H'mira* dans la région d'Adrar seulement est représenté dans le Tableau 19.

Tableau 19: L'énergie produite annuellement par le méthane d'origine des folioles des palmiers dattier de la variété *H'mira* de la région d'Adrar sud-ouest de l'Algérie

Type d'expérience	Rendement en CH ₄ (m ³ /T de MO)	T ₈₀	QAD (Tonne de MO)	Energie produite en MW/an
- Batch (folioles non traitées chimiquement)	130	55 jours	9.855,63	12.761,07
- Batch (folioles prétraitées chimiquement -12% de NaOH)	135	21 jours	9.855,63	13.251,89
- Continu (folioles prétraitées chimiquement-12% de NaOH)	107	1 journée	9.855,63	10.503,35

QAD : quantité annuelle de déchet.

Il est important de signaler que ce rendement en méthane nécessite un temps de digestion technique (T₈₀) influencé par le type de digestion ainsi que par le type de prétraitement. Les trois expériences citées sur le Tableau 19 nécessitent les temps de digestion technique suivant ; 55 jours pour le digesteur batch contenant un substrat sans prétraitement, 21 jours pour le digesteur batch contenant un substrat avec prétraitement chimique de 12% NaOH et une (01) journée pour le digesteur continu contenant un substrat avec prétraitement chimique de 12% NaOH.

Les résultats démontrent que ce type de substrat peut produire une énergie estimée entre **10.000 et 13.000 MW/an** qui couvrent la consommation annuelle des ménages de la commune de Tamest wilaya d'Adrar comptant **10.000 habitants**.

IV.6 Conclusion

Les résultats de ces travaux ont permis de conclure que le substrat (folioles sèches) provenant à partir des déchets de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) Algériennes de la variété *H'mira*, pourrait être valorisé par la bioconversion via la digestion anaérobie pour produire de la bioénergie (biogaz).

Cette variété génère une quantité de déchet annuelle estimé de 22.916,68 tonnes de déchet contenant 12.063,20 tonne de palmes sèches. Ces palmes sèches sont composées majoritairement par des folioles. La teneur en composé lignocellulosique de ces folioles dépasse les 90%. Ce substrat donne un rendement théorique en méthane de 492 ml/g de MO.

Les résultats expérimentaux sur des digesteurs de type batch démontrent que la digestion anaérobie de ce type de substrat sans prétraitement chimique en appliquant un broyage seulement donne un rendement en méthane de 130 ml/g de Mo avec un T₈₀ de 55 jours. Le début du processus de DA de ce substrat est caractérisé par une déstabilisation prolongée jusqu'aux 45 jours grâce à la difficulté de dégradation du substrat. La quantité importante du

méthane produit (56,38%) est générée durant le processus stable à la fin de digestion estimé de 25 jours. Ces résultats confirment que la stabilité du processus de digestion anaérobie est indispensable.

Pour surmonter le problème de l'instabilité du processus, le même substrat est prétraité chimiquement avec du NaOH à des différentes concentrations (6%, 12% et 18%). Les expériences de DA ont été lancées toujours au niveau des digesteurs de type batch. Les résultats de ces expériences démontrent que la faible concentration de 6% de NaOH ne suffit pas pour dégrader ce type de substrat et la forte concentration de 18% de NaOH provoque la production des inhibiteurs. Alors que la concentration optimale est celle de 12% qui donne le meilleur rendement en méthane estimé de 135 ml/g de MO avec un T_{80} de 21 jours.

Pour confirmer les résultats des digesteurs de type batch, les mêmes expériences avec les mêmes prétraitements à base de NaOH (6%, 12% et 18%) ont été appliquées à des digesteurs de type continu. Les résultats obtenus sont en forte concordance avec celles des digesteurs de type batch. Les fortes concentrations (18% de NaOH) favorisent l'accumulation des inhibiteurs, et les faibles concentrations (6% de NaOH) ne suffisent pas pour la dégradation complète de substrat. Alors que le prétraitement optimal de substrat permet d'hydrolyser le substrat convenablement et accélérer leur dégradation ultérieurement et par conséquent augmente leur production en méthane comme il est le cas de prétraitement avec 12% de NaOH qui donne la meilleure production en méthane avec une valeur moyenne de 107 ml de CH_4 /g de MO/jour. Ces résultats sont en forte concordance aussi avec les résultats trouvés par la technique FT-IR. La dose de 12% de NaOH est toujours la dose optimale en termes de digestion anaérobie pour le prétraitement des folioles de la variété *H'mira*, elle provoque des changements structuraux suffisants de ce substrat qui n'affecte pas les performances des réacteurs, alors que la dose de 6%NaOH ne suffise pas et la dose 18%NaOH provoque des changements structuraux qui affecte les performances des réacteurs.

L'évaluation énergétique du bio-méthane produit par les folioles sèches de la variété *H'mira* de la région d'Adrar démontre que ce type de substrat peut produire une énergie estimée entre 10.000 et 13.000 MW/an qui couvrent la consommation annuelle des ménages de la commune de Tamest wilaya d'Adrar comptant 10.000 habitants. Cette quantité d'énergie peut contribué directement dans le développement durable du pays.

Cependant, ces résultats expérimentaux restent loin de ceux obtenus théoriquement. La somme élevée de la cellulose et de la lignine (>63.78%), le rapport lignine/cellulose élevé (>67.18%) et la forte teneur en lignine (>25%) sont les responsables de la diminution du rendement en méthane et influe négativement sur la biodégradabilité ce qui démontre que ce

prétraitement unique ne suffit pas pour dégrader ce type de substrat qui nécessite la combinaison de plusieurs prétraitements.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Les travaux menaient dans la présente thèse s'articulent sur le sujet recherche et développement des énergies renouvelable en Algérie. Et plus précisément sur l'application de la technologie de la bioconversion d'un nouveau type de biomasse lignocellulosique pour la production du bio-méthane. Ce nouveau substrat est représenté par les folioles sèches de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) Algériennes de la variété *H'mira* de la région d'Adrar. L'exploitation de ce nouveau substrat offre une base de ressources étendues et donne l'accès à de nouvelles ressources renouvelables en matières premières pour la production des bioénergies propres et durables en se basant sur des compétences nationales et des matériaux locaux. La production de la bioénergie peut aider les décideurs de prendrais des décisions audacieuses en réduisant l'exploitation intense des énergies fossiles, en préservant l'environnement contre la pollution et en participant au développement durable de l'Algérie.

L'objectif de ce manuscrit était d'améliorer les capacités énergétiques de ce nouveau substrat de production en biogaz en appliquant un prétraitement alcalin à base de l'hydroxyde de sodium (NaOH) dans des digesteurs de type batch et continus.

Les points suivants résument les principaux résultats obtenus par la présente thèse :

- les résultats d'investigation réalisée dans l'oasis de Village de Gharmianou, Commune de Tamest, Wilaya d' Adrar sud-ouest de l'Algérie démontrent que :
 - Avec un nombre de **1.626.450** palmiers soit un taux de **42.81%** de nombre total des palmiers dattiers dans la région d'Adrar, la variété *H'mira* génère une quantité de déchet annuelle estimé de **22.916,68** tonnes de déchet contenant **12.063,20** tonnes de palmes sèches soit un taux de **52,64 %** de déchets total de cette variété.
 - Cette quantité des palmes sèches contient **9.855,63 tonnes de MO** qui correspond un taux de **81,7%** de substrat brute.
 - La teneur en composé lignocellulosique de ces folioles dépasse les **90%**
 - La capacité théorique de rendement en méthane à partir de ce substrat donne une valeur de **492 ml/g de MO**.
- Les résultats expérimentaux de la DA des **folioles** au niveau des **digesteurs batch** démontrent que :
 - La digestion anaérobie de broyat des folioles sans prétraitement chimique donne un rendement en méthane de **130 ml/g de Mo** avec un **T₈₀ de 55 jours**.
 - La stabilité du processus de digestion anaérobie est indispensable.

- Le **prétraitement chimique** de même substrat avec de l'hydroxyde de sodium **NaOH** à des différentes concentrations (**6%, 12% et 18%**) démontrent que la faible concentration de **6% de NaOH ne suffit pas** pour dégrader ce type de substrat et la forte concentration de **18% de NaOH** provoque la production des **inhibiteurs**. Alors que la concentration **optimale** est celle de **12%** qui donne le meilleur rendement en méthane estimé de **135 ml/g de MO** avec un **T₈₀ de 21 jours**.
- Les résultats expérimentaux de la DA des **folioles** prétraité chimiquement avec de l'hydroxyde de sodium **NaOH** à des différentes concentrations (**6%, 12% et 18%**) au niveau des **digesteurs continus** démontrent que :
 - Les mêmes constatations des résultats des digesteurs de type batch ont été tirées.
 - Le prétraitement **optimal** avec **12% de NaOH** donne la meilleure production en méthane avec une valeur moyenne de **107 ml de CH₄ /g de MO/jour**.
 - Ces résultats sont en forte concordance aussi avec les résultats trouvés par la technique **FT-IR**. La dose de **12% de NaOH** est toujours la dose optimale, **elle provoque des changements structuraux suffisants de ce substrat qui n'affecte pas les performances des réacteurs**, alors que la dose de **6%NaOH ne suffise pas** et la dose **18%NaOH provoque des changements structuraux qui affectent les performances des réacteurs**.
- La quantification d'énergie produite par le bio-méthane d'origine de la DA des folioles sèches de la variété *H'mira* de la région d'Adrar démontre que :
 - Ce type de substrat peut produire une énergie estimée entre **10.000 et 13.000 MW/an** qui couvrent la consommation annuelle des ménages de la commune de Tamest wilaya d'Adrar contenant **10.000 habitants**.
 - Cette quantité d'énergie est apte de se doubler si cette technologie est appliquée sur la totalité de déchets de cette variété *H'mira* de la région d'Adrar seulement. Alors que cette dernière va se multiplier sur une dizaine de fois si cette technologie est appliquée sur la totalité de déchets générés par les palmiers dattier annuellement en Algérie et cela peut contribuée directement au développement durable du pays.

Finalement, les résultats expérimentaux de cette thèse ne représentent qu'une modeste contribution à la stratégie nationale de développement des énergies renouvelables dans sa partie recherche et développement.

PERSPECTIVE

A la fin de ce travail, il est important de signaler que ces deux types de prétraitement (physique et alcalin) sont insuffisants pour dégrader efficacement ce type de substrat malgré la réduction du temps de digestion. Il est nécessaire donc d'essayer la combinaison de plusieurs prétraitements pour améliorer le rendement en méthane qui demeure loin de la capacité théorique. Il est important aussi d'essayer la digestion de chaque type de déchets de palmier dattier à part, ainsi que le mélange des déchets, sans oublier d'essayer d'autres types de cultivars pour pouvoir comparer les résultats et estimer le pouvoir énergétique réel du palmier dattier Algérien (*Phoenix dactylifera* L.) en matière de production de biogaz.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Abd-alla, M.H., Morsy, F.M., El-enany, A.E., 2011. Hydrogen production from rotten dates by sequential three stages fermentation. *International Journal of Hydrogen Energy* 36, 0–9. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2011.07.098>
- Abdullah, B., Syed Muhammad, S.A.F. ad, Shokravi, Z., Ismail, S., Kassim, K.A., Mahmood, A.N., Aziz, M.M.A., 2019. Fourth generation biofuel: A review on risks and mitigation strategies. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 107, 37–50. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2019.02.018>
- Abdullah, M., Alharbi, H., Hirai, S., Tuan, H.A., Akioka, S., 2020. Effects of chemical composition , mild alkaline pretreatment and particle size on mechanical , thermal , and structural properties of binderless lignocellulosic biopolymers prepared by hot-pressing raw microfibrillated Phoenix dactylifera and Cocos nucife. *Polymer Testing* 84.
- Abid, W., Ben, I., Masmoudi, S., Ali, M., 2020. Physico-chemical and spectroscopic quality assessment of compost from date palm (Phoenix dactylifera L .) waste valorization. *Journal of Environmental Management* 264.
- Abraham, A., Mathew, A.K., Park, H., Choi, O., Sindhu, R., 2020a. Pretreatment strategies for enhanced biogas production from lignocellulosic biomass. *Bioresource Technology* 301, 122725. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.122725>
- Abraham, A., Mathew, A.K., Park, H., Choi, O., Sindhu, R., 2020b. Pretreatment strategies for enhanced biogas production from lignocellulosic biomass. *Bioresource Technology* 301, 122725. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.122725>
- Achimi, B., Marchais, C., Angeli, N., 2011. Guide de bonnes pratiques pour les projets de méthanisation. Club Biogaz ATEE, France.
- AFNOR, 2004. AFNOR NF V 04-407: détermination de la teneur en azote total et calcul de la teneur en protéines par la méthode kjeldahl. France; Norme française homologuée.
- Ahmad, F., Silva, E.L., Bernadete, M., Varesche, A., 2018. Hydrothermal processing of biomass for anaerobic digestion – A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 98, 108–124. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2018.09.008>
- Akhtar, A., Ivanova, T., Jiříček, I., Krepl, V., 2019. Detailed characterization of waste from date palm (Phoenix dactylifera) branches for energy production : Comparative evaluation of heavy metals concentration. *Journal of Renewable and Sustainable Energy* 11. <https://doi.org/10.1063/1.5027578>
- Akunna, J.C., 2019. Anaerobic waste-wastewater treatment and biogas plants a practical

- handbook. Taylor & Francis Group.
- Al-Alawi, R., Al-Mashiqri, J.H., Al-Nadabi, J.S.M., Al-Shihi, B.I., Baqi, Y., 2017. Date palm tree (*Phoenix dactylifera* L.): Natural products and therapeutic options. *Frontiers in Plant Science* 8, 1–12. <https://doi.org/10.3389/fpls.2017.00845>
- Al-muhtaseb, A.H., Jamil, F., Haj, L. Al, Mahmoud, E., Becherif, M., Rashid, U., Ra, S., Atabani, A.E., Kumar, G., Abstract, 2019. Valorization of Waste Date Seeds for Green Carbon Catalysts and Biodiesel Synthesis, in: *Sustainable Agriculture Reviews*. Springer Nature Switzerland.
- AL-Oqla, F.M., Alothman, O.Y., Jawaid, M., Sapuan, S.M., Es-Saheb, and M.H., 2014. Processing and Properties of Date Palm Fibers and Its Composites, in: *Biomass and Bioenergy: Processing and Properties*. pp. 1–367. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-07641-6>
- Alalwan, H.A., Alminshid, A.H., Aljaafari, H.A.S., 2019. Promising evolution of biofuel generations. Subject review. *Renewable Energy Focus* 28, 127–139. <https://doi.org/10.1016/j.ref.2018.12.006>
- Alburquerque, J.A., de la Fuente, C., Ferrer-Costa, A., Carrasco, L., Cegarra, J., Abad, M., Bernal, M.P., 2012a. Assessment of the fertiliser potential of digestates from farm and agroindustrial residues. *Biomass and Bioenergy* 40, 181–189. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2012.02.018>
- Alburquerque, J.A., Fuente, C. De, Bernal, M.P., 2012b. Agriculture , Ecosystems and Environment Chemical properties of anaerobic digestates affecting C and N dynamics in amended soils. “*Agriculture, Ecosystems and Environment*” 160, 15–22. <https://doi.org/10.1016/j.agee.2011.03.007>
- Alburquerque, J.A., Fuente, C. De, Campoy, M., Carrasco, L., Nájera, I., Baixauli, C., Caravaca, F., Roldán, A., Cegarra, J., Bernal, M.P., 2012. Agricultural use of digestate for horticultural crop production and improvement of soil properties. *European Journal of Agronomy* 43, 119–128. <https://doi.org/10.1016/j.eja.2012.06.001>
- Ali, I.W., Aziz, K.K., Syhadah, A.A.H., S.C.W, K., Z., A., 2015. Bioethanol Production from Acid Hydrolysates of Date Palm Fronds Using a Co-culture of *Saccharomyces cerevisiae* and *Pichia stipitis*. *International Journal of Enhanced Research in Science Technology & Engineering* 3.
- Ali, M., Saleem, M., Khan, Z., Watson, I.A., 2019. The use of crop residues for biofuel production, in: *Biomass, Biopolymer-Based Materials, and Bioenergy*. Elsevier Ltd, pp. 369–395. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102426-3.00016-3>

- AlMaadeed, M.A., Kahraman, R., Noorunnisa Khanam, P., Al-Maadeed, S., 2013. Characterization of untreated and treated male and female date palm leaves. *Materials and Design* 43, 526–531. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.07.028>
- AlMaadeed, M. a., Kahraman, R., Noorunnisa Khanam, P., Al-Maadeed, S., 2013. Characterization of untreated and treated male and female date palm leaves. *Materials and Design* 43, 526–531. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.07.028>
- Amine, B., 2009. Caractérisation phytochimique et activité antioxydante de quelques cultivars de Phoenix dactylifera L . Mémoire de magistère Université d’Oran Es-Sénia, Algeria.
- Angelidaki, I., Alves, M., Bolzonella, D., Borzacconi, L., Campos, J.L., Guwy, A.J., Kalyuzhnyi, S., Jenicek, P., Lier, J.B. Van, 2009. Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops : a proposed protocol for batch assays. *Water Science & Technology—WST* 59.5, 927–934. <https://doi.org/10.2166/wst.2009.040>
- Angelidaki, I., Ellegaard, L., Kiær, B., 2003. Applications of the Anaerobic Digestion Process 82, 1–33.
- Angelidaki, I., Karakashev, D., Batstone, D.J., Plugge, C.M., Stams, A.J.M., 2011. Biomethanation and Its Potential, 1st ed, *Methods in Methane Metabolism, Part A*. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385112-3.00016-0>
- Angelidaki, I., Sanders, W., 2004. Assesment of the anaerobic biodegradabilty of macropollutants. *Reviews in environmental science and bio/technology* 3, 117–129.
- Anukam, A., Mohammadi, A., Naqvi, M., Granström, K., 2019. A Review of the Chemistry of Anaerobic Digestion : Methods of Accelerating and Optimizing Process Efficiency. *Processes* 7, 1–19.
- Appels, L., Baeyens, J., Degrève, J., Dewil, R., 2008. Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. *Progress in Energy and Combustion Science* 34, 755–781. <https://doi.org/10.1016/j.peccs.2008.06.002>
- Aramrueang, N., Rapport, J., Zhang, R., 2016. ScienceDirect Effects of hydraulic retention time and organic loading rate on performance and stability of anaerobic digestion of *Spirulina platensis*. *Biosystems Engineering* 147, 174–182. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2016.04.006>
- Arij, Y., Fatihah, S., Rakmi, A.R., 2018. Performance of pilot scale anaerobic bio fi lm digester (ABD) for the treatment of leachate from a municipal waste transfer station. *Bioresource Technology* 260, 213–220.
- Ashter, S.A., 2018. Biomass and its sources, in: *Technology and Applications of Polymers Derived from Biomass*. pp. 11–36. <https://doi.org/10.1016/b978-0-323-51115-5.00002-5>

- Astrid, B.-H., Robinson K., R., 1999. Metabolic pathways release of energy (Aerobic), Second Edi. ed, Encyclopedia of Food Microbiology. Elsevier. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-384730-0.00197-X>
- Atelge, M.R., Krisa, D., Kumar, G., Eskicioglu, C., Duc, D., 2018. Biogas Production from Organic Waste : Recent Progress and Perspectives. Waste and Biomass Valorization 0, 0. <https://doi.org/10.1007/s12649-018-00546-0>
- Athinarayanan, J., Periasamy, V.S., Alshatwi, A.A., 2019. Phoenix dactylifera lignocellulosic biomass as precursor for nanostructure fabrication using integrated process. International Journal of Biological Macromolecules 134, 1179–1186.
- AWWA-APHA-WEF (Ed.), 1999. Standard methods for the examination, of water and wastewater, 20th Editi. ed. Washington.
- Bajpai, P., 2016. Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Biofuel Production, SpringerBr. ed. Springer Singapore.
- Bala, R., Gupta, G.K., Dasgupta, B.V., Mondal, M.K., 2019. Pretreatment optimisation and kinetics of batch anaerobic digestion of liquidised OFMSW treated with NaOH : Models veri fi cation with experimental data. Journal of Environmental Management 237, 313–321.
- Barakat, A., Monlau, F., Solhy, A., Carrere, H., 2015. Mechanical dissociation and fragmentation of lignocellulosic biomass: Effect of initial moisture, biochemical and structural proprieties on energy requirement. Applied Energy 142, 240–246. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2014.12.076>
- Basu, P., 2013. Biomass characteristics, in: Biomass Gasification, Pyrolysis and Torrefaction Practical Design and Theory. pp. 79–106. <https://doi.org/10.4324/9781315845227-5>
- Batstone, D.J., Jensen, P.D., 2011. Anaerobic Processes, in: Treatise on Water Science. Elsevier B.V., pp. 615–639. <https://doi.org/10.1016/b978-0-444-53199-5.00097-x>
- Batstone, D.J., Karakashev, D., Batstone, D.J., Trably, E., Angelidaki, I., 2014. Acetate Oxidation Is the Dominant Methanogenic Pathway from Acetate in the Absence of Methanosaetaceae. Applied and environmental microbiology. <https://doi.org/10.1128/AEM.00489-06>
- Batstone, D.J., Keller, J., Angelidaki, I., Kalyuzhnyi, S. V., Pavlostathis, S.G., Rozzi, A., Sanders, W.T., Siegrist, H., Vavilin, V.A., 2002. The IWA Anaerobic Digestion Model No 1 (ADM1). Water Science and Technology 45, 65–73. <https://doi.org/10.2166/wst.2008.678>
- Bechara, R., Gomez, A., Saint-Antonin, V., Schweitzer, J.M., Maréchal, F., Ensinas, A., 2018.

- Review of design works for the conversion of sugarcane to first and second-generation ethanol and electricity. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 91, 152–164. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2018.02.020>
- Bedjaoui, H., Benbouza, H., 2020. Assessment of phenotypic diversity of local Algerian date palm (*Phoenix dactylifera* L .) cultivars. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences* 19, 65–75.
- Begum, S., Rao, G., Sridhar, S., Bhargava, S.K., Jegatheesan, V., Eshtiaghi, N., 2018. Evaluation of single and two stage anaerobic digestion of land fill leachate : Effect of pH and initial organic loading rate on volatile fatty acid (VFA) and biogas production. *Bioresource Technology* 251, 364–373.
- Bellal, B., 2018. مساهمة برنامج التجديد الفلاحي والريفي في انتاج التمور بولاية ادرار The contribution of the agricultural and rural renewal program in the production of dates for the wilaya of Adrar. *Chercheur économique* 1, 93–111.
- Ben salah, M., 2014. Le recyclage des sous-produits des oasis : acquis et perspectives.
- Bendahou, A., Dufresne, A., Kaddami, H., Habibi, Y., 2007. Isolation and structural characterization of hemicelluloses from palm of *Phoenix dactylifera* L. *Carbohydrate Polymers* 68, 601–608. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2006.10.016>
- Bensch, M., Flouzat, L., 2012. Bilan azoté dans les procédés de valorisation de la biomasse, LERMAB.
- Bensidhom, G., Hassen-trabelsi, A. Ben, Alper, K., Sghairoun, M., 2018. Pyrolysis of Date palm waste in a fixed-bed reactor : Characterization of pyrolytic products. *Bioresource Technology* 247, 363–369.
- Bernal, M.P., Kirchmann, H., 1992. Carbon and nitrogen mineralization and ammonia volatilization from fresh, aerobically and anaerobically treated pig manure during incubation with soil. *Biology and Fertility of Soils* 13, 135–141. <https://doi.org/10.1007/BF00336268>
- Bhakta, H., Panigrahi, S., Sarmah, A.K., Dubey, B.K., 2020. Science of the Total Environment Downstream augmentation of hydrothermal carbonization with anaerobic digestion for integrated biogas and hydrochar production from the organic fraction of municipal solid waste : A circular economy concept. *Science of the Total Environment* 706, 135907. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135907>
- Bharath, G., Hai, A., Rambabu, K., Banat, F., Jayaraman, R., Taher, H., Bastidas-oyanedel, J., Tahir, M., Ejbye, J., 2020. Systematic production and characterization of pyrolysis-oil from date tree wastes for bio-fuel applications. *Biomass and Bioenergy* 135, 5–10.

- Bharati, V., Goud, V. V, Kalamdhad, A.S., 2018. Microbial pretreatment of water hyacinth for enhanced hydrolysis followed by biogas production. *Renewable Energy* 126, 21–29. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.03.028>
- Bokhari Hassiba, 2016. Extraction, dosage et analyse des polysaccharides pariétaux des racines de *Retama raetam*. Université des Sciences et de la Technologie Mohamed Boudiaf d'Oran Algeria.
- Bollon, J., 2012. Etude des mécanismes physiques et de leur influence sur la cinétique de méthanisation en voie sèche : essais expérimentaux et modélisation. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- Bonilla, S., Choolaei, Z., Meyer, T., Edwards, E.A., Yakunin, A.F., Allen, D.G., 2018. Evaluating the effect of enzymatic pretreatment on the anaerobic digestibility of pulp and paper biosludge. *Biotechnology Reports* 17, 77–85. <https://doi.org/10.1016/j.btre.2017.12.009>
- Borja, R., 2011. Biogas Production, in: *Comprehensive Biotechnology*. Elsevier B.V., pp. 785–798. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-088504-9.00126-4>
- Botheju, D., 2011. Oxygen Effects in Anaerobic Digestion – A Review. *The Open Waste Management Journal* 4, 1–19. <https://doi.org/10.2174/1876400201104010001>
- Bouguedoura, N., Bennaceur, M., Babahani, S., Benziouche, S.E., 2015. Date Palm Status and Perspective in Algeria, in: Jameel M. Al-Khayri, Jain, S.M., Johnson, D. V. (Eds.), *Date Palm Genetic Resources and Utilization*. Springer Dordrecht Heidelberg New York London, pp. 125–168. <https://doi.org/10.1007/978-94-017-9694-1>
- Boulal, A., Atabani, A.E., Mohammed, M.N., Khelafi, M., Uguz, G., Shobana, S., Bokhari, A., Kumar, G., 2019. Integrated valorization of *Moringa oleifera* and waste *Phoenix dactylifera* L. dates as potential feedstocks for biofuels production from Algerian Sahara : An experimental perspective. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology* 20.
- Boulal, A., Benali, B., Touzi, M.M.A., 2010. Transformation des déchets de dattes de la région d' Adrar en bioéthanol. *Revue des Energies Renouvelables* 13, 455–463.
- Boulanger, A., Pinet, E., Bouix, M., Bouchez, T., Mansour, A.A., 2012. Effect of inoculum to substrate ratio (I/S) on municipal solid waste anaerobic degradation kinetics and potential. *Waste Management* 32, 2258–2265. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2012.07.024>
- Boulinguez, B., Le cloirec, P., 2011. Purification de biogaz. Élimination des COV et des siloxanes. *Techniques de l'Ingénieur* 33, 1–26.
- Boumediri, H., Bezazi, A., Garcia, G., Pino, D., Haddad, A., 2019. Extraction and characterization of vascular bundle and fiber strand from date palm rachis as potential

- bio-reinforcement in composite. *Carbohydrate Polymers* 222.
- Bouraiou, A., Necaibia, A., Boutasseta, N., Mekhilef, S., Dabou, R., Ziane, A., Sahouane, N., Attoui, I., Mostefaoui, M., Touaba, O., 2020. Status of renewable energy potential and utilization in Algeria. *Journal of Cleaner Production* 246, 119011. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119011>
- Bousdira, K., Nouri, L., Legrand, J., 2014. Chemical characterization of phoenicicole biomass fuel in algerian oasis: Deglet Nour and Ghars cultivars case. *Energy and Fuels* 28, 7483–7493. <https://doi.org/10.1021/ef501522n>
- Branton, R.L., Blake, J., 1989. Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.), in: *Biotechnology in Agriculture and Forestry* 5.
- Brar, S.K., Dhillon, G.S., Soccol, C.R., 2014. *Biotransformation of Waste Biomass into High Value Biochemicals*. Springer, New York, NY. <https://doi.org/10.1007/978-1-4614-8005-1>
- Braun, R., BRACHTL, E., GRASMUG, M., 2003. Codigestion of Proteinaceous Industrial Waste. *Applied Biochemistry and Biotechnology* 109, 139–153.
- Breeze, P., 2014. Biomass-Based Power Generation, in: *Power Generation Technologies*. pp. 351–374. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102631-1.00015-8>
- Brown, D., Li, Y., 2013. Solid state anaerobic co-digestion of yard waste and food waste for biogas production. *Bioresource Technology* 127, 275–280. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.09.081>
- BSI, P. 110:2010, 2010. Specification for whole digestate , separated liquor and separated fibre derived from the anaerobic digestion of source-segregated biodegradable materials.
- Buffiere, P., Loisel, D., Bernet, N., Delgenes, J., 2006. Towards new indicators for the prediction of solid waste anaerobic digestion properties 233–241. <https://doi.org/10.2166/wst.2006.254>
- Castro, L.M.G., Alexandre, E.M.C., Saraiva, J.A., Pintado, M., 2020. Impact of high pressure on starch properties : A review. *Food Hydrocolloids* 106.
- Cesaro, A., Velten, S., Belgiorno, V., Kuchta, K., 2014. Enhanced anaerobic digestion by ultrasonic pretreatment of organic residues for energy production. *Journal of Cleaner Production* 74, 119–124. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.03.030>
- Chaari, R., Khlif, M., Mallek, H., Bradai, C., Lacoste, C., Belguith, H., Tounsi, H., Dony, P., 2020. Enzymatic treatments effect on the poly (butylene succinate)/ date palm fibers properties for bio-composite applications. *Industrial Crops & Products* 148.
- Chabouni, D., Ghoula, N., Djerroud, D., Belkebir, N., 2008. NA ISO 4832. NORME

ALGERIENNE.

- Chandra, R., Takeuchi, H., Hasegawa, T., 2012a. Hydrothermal pretreatment of rice straw biomass: A potential and promising method for enhanced methane production. *Applied Energy* 94, 129–140. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.01.027>
- Chandra, R., Takeuchi, H., Hasegawa, T., 2012a. Hydrothermal pretreatment of rice straw biomass : A potential and promising method for enhanced methane production. *Applied Energy* 94, 129–140. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.01.027>
- Chandra, R., Takeuchi, H., Hasegawa, T., Kumar, R., 2012b. Improving biodegradability and biogas production of wheat straw substrates using sodium hydroxide and hydrothermal pretreatments. *Energy* 43, 273–282. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2012.04.029>
- Chandra, R., Takeuchi, H., Hasegawa, T., Kumar, R., 2012b. Improving biodegradability and biogas production of wheat straw substrates using sodium hydroxide and hydrothermal pretreatments. *Energy* 43, 273–282. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2012.04.029>
- Chantigny, M.H., Angers, D.A., Rochette, P., Bélanger, G., Agriculture, D.M., Canada, A., 2007. Gaseous Nitrogen Emissions and Forage Nitrogen Uptake on Soils Fertilized with Raw and Treated Swine Manure 1864–1872. <https://doi.org/10.2134/jeq2007.0083>
- Chao, C.C.T., Krueger, R.R., 2007. The date palm (*Phoenix dactylifera* L.): Overview of biology, uses, and cultivation. *HortScience* 42, 1077–1082. <https://doi.org/10.21273/hortsci.42.5.1077>
- Chao, C.T., Krueger, R.R., 2007. The date palm (*Phoenix dactylifera* L.): Overview of biology, uses, and cultivation. *HortScience* 42, 1077–1082.
- Charlotte Moine, 2005. Extraction, caractérisation structurale et valorisation d'une famille d'hémicelluloses du bois. Obtention de matériaux plastiques par modification des xylanes. Thèse de doctorat de l'université de Limoges France.
- Chen, H., Yi, H., Li, H., Guo, X., Xiao, B., 2020. Effects of thermal and thermal-alkaline pretreatments on continuous anaerobic sludge digestion : Performance , energy balance and , enhancement mechanism. *Renewable Energy* 147.
- Chen, R., Nie, Y., Tanaka, N., Niu, Q., Li, Q., Li, Y., 2017. Enhanced methanogenic degradation of cellulose-containing sewage via fungi-methanogens syntrophic association in an anaerobic membrane bioreactor. *Bioresource Technology* 245, 810–818.
- Chen, X., Gu, Y., Zhou, X., Zhang, Y., 2014. Asparagus stem as a new lignocellulosic biomass feedstock for anaerobic digestion: Increasing hydrolysis rate, methane production and biodegradability by alkaline pretreatment. *Bioresource Technology* 164, 78–85. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.04.070>

- Chérif, M., 2016. Evaluation de la qualité physico-chimique et microbiologique des poissons au cours du processus de fumage au port de pêche artisanale de cotonou (POPAC) : Cas du *Thunnus obesus*. Licence de l'Université d'Abomey-Calvai (UAC) du Bénin.
- Chniti, S., Benrjeb, Z., Chaabene, H., Hassouna, M., Amrane, A., Djelal, H., 2012. Influence de la nature de la source d'azote sur la production de bioéthanol à partir de déchets de dattes par *saccharomyces cerevisiae*, in: 2ème Colloque International Sur l'Énergie CIE 12, Tozeur (Tunisie) Le 26-27-28 Mars 2012.
- Chniti, S., Djelal, H., Hassouna, M., Ecole, M., 2014. Residue of dates from the food industry as a new cheap feedstock for ethanol production. *Biomass and Bioenergy* 69, 5–9.
- Cho, H.U., Park, S.K., Ha, J.H., Park, J.M., 2013. An innovative sewage sludge reduction by using a combined mesophilic anaerobic and thermophilic aerobic process with thermal-alkaline treatment and sludge recirculation. *Journal of Environmental Management* 129, 274–282. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2013.07.009>
- Chufu, A., Yuan, H., Zou, D., Pang, Y., Li, X., 2015. Biomethane production and physicochemical characterization of anaerobically digested teff (*Eragrostis tef*) straw pretreated by sodium hydroxide. *Bioresource Technology* 181, 214–219. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2015.01.054>
- Ciolacu, D.E., 2018. Biochemical Modification of Lignocellulosic Biomass, in: *Biomass as Renewable Raw Material to Obtain Bioproducts of High-Tech Value*. Elsevier B.V., pp. 315–350. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63774-1.00009-0>
- CNRTL, 2017. Centre National de Ressources Textuelles et Lexicales français [WWW Document]. URL <http://www.cnrtl.fr/definition/hydrolyse> (accessed 3.16.17).
- Creamer, K.S., Chen, Y., Williams, C.M., Cheng, J.J., 2010. Bioresource Technology Stable thermophilic anaerobic digestion of dissolved air flotation (DAF) sludge by co-digestion with swine manure. *Bioresource Technology* 101, 3020–3024. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.12.029>
- Dai, B. lin, Guo, X. jing, Yuan, D. hai, Xu, J. ming, 2018. Comparison of Different Pretreatments of Rice Straw Substrate to Improve Biogas Production. *Waste and Biomass Valorization* 9, 1503–1512. <https://doi.org/10.1007/s12649-017-9950-9>
- Dalena, F., Senatore, A., Tursi, A., Basile, A., 2017. Bioenergy production from second- and third-generation feedstocks, in: *Bioenergy Systems for the Future: Prospects for Biofuels and Biohydrogen*. Elsevier Ltd., pp. 559–599. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101031-0.00017-X>
- Dalk, K., Ugurlu, A., 2015. Biogas production from chicken manure at different organic loading

- rates in a mesophilic-thermophilic two stage anaerobic system 120.
<https://doi.org/10.1016/j.jbiosc.2015.01.021>
- Danish, M., Ahmad, W., Hashim, R., Syuhada, N., Sulaiman, B., Nishat, M., Nizami, M., 2017. Application of optimized large surface area date stone (*Phoenix dactylifera*) activated carbon for rhodamin B removal from aqueous solution: Box- Behnken design approach. *Ecotoxicology and Environmental Safety* 139, 280–290.
- Dareioti, M.A., Dokianakis, S.N., Stamatelatou, K., Zafiri, C., Kornaros, M., 2009. Biogas production from anaerobic co-digestion of agroindustrial wastewaters under mesophilic conditions in a two-stage process. *Desalination* 248, 891–906.
<https://doi.org/10.1016/j.desal.2008.10.010>
- Dart, R.K., 1996. *Microbiology for the Analytical Chemist*. Royal Society of Chemistry, Thomas Graham House, Science Park, Milton Road, Cambridge CB4 4WF, UK.
- Darweesh, T.M., Ahmed, M.J., 2017. Batch and fixed bed adsorption of levofloxacin on granular activated carbon from date (*Phoenix dactylifera* L.) stones by KOH chemical activation. *Environmental Toxicology and Pharmacology* 50, 159–166.
- Das, P., Sto, R.B., Area, M.C., Ragauskas, A.J., 2019. Effects of one-step alkaline and two-step alkaline/dilute acid and alkaline/steam explosion pretreatments on the structure of isolated pine lignin. *Biomass and Bioenergy* 120, 350–358.
- Dasgupta, A., Chandel, M.K., 2019. Reports Enhancement of biogas production from organic fraction of municipal solid waste using hydrothermal pretreatment. *Bioresource Technology Reports* 7, 100281. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2019.100281>
- David, A., Labunmi, O., Albert, L., Bodunde, A., Owolabi, J., 2020. Enhanced Biogas Production from Rice Husk Through Solid-State Chemical Pretreatments. *Waste and Biomass Valorization* 11, 2397–2407.
- De, S., Mishra, S., Poonguzhali, E., Rajesh, M., Tamilarasan, K., 2020. Fractionation and characterization of lignin from waste rice straw : Biomass surface chemical composition analysis. *International Journal of Biological Macromolecules* 145, 795–803.
- Demirel, B., Scherer, P., 2009. Bio-methanization of energy crops through mono-digestion for continuous production of renewable biogas. *Renewable Energy* 34, 2940–2945.
<https://doi.org/10.1016/j.renene.2009.05.013>
- Deneyer, A., Ennaert, T., Sels, B.F., 2018. Straightforward sustainability assessment of sugar-derived molecules from first-generation biomass. *Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry* 10, 11–20. <https://doi.org/10.1016/j.cogsc.2018.02.003>
- Deublein, D., Steinhauser, A., 2008. *Biogas from waste and renewable resources, Choice:*

- Current Reviews for Academic Libraries. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. <https://doi.org/10.1002/9783527632794>
- Devia, C.R., 2013. Biogaz en vue de son utilisation en production d'énergie : séparation des siloxanes et du sulfure d'hydrogène. Doctorat thesis, Université de Nantes Angers Le Mans, France.
- Di Girolamo, G., Grigatti, M., Barbanti, L., Angelidaki, I., 2013. Effects of hydrothermal pre-treatments on Giant reed (*Arundo donax*) methane yield. *Bioresource Technology* 147, 152–159. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.08.006>
- Díaz, A.I., Oulego, P., Collado, S., Laca, A., González, J.M., Díaz, M., 2018. Impact of anaerobic digestion and centrifugation / decanting processes in bacterial communities fractions. *Journal of Bioscience and Bioengineering* 126, 742–749.
- Dijkstra, J., Forbes, J.M., France, J., 2005. Quantitative aspects of ruminant digestion and metabolism. CAB International.
- Djaafri, M., Kalloum, S., Khelafi, M., Tahri, A., Salem, F., Kaïdi, K., 2014. Amélioration de la digestion anaérobie des déchets ménagers (déchets de restaurant) en utilisant un prétraitement physique. *Revue des Energies Renouvelables de CDER* 93–98.
- Djoudi, I., Benbouza, H., 2013. Contribution à l'identification et à la caractérisation de quelques accessions du palmier dattier (*Phoenix Dactylifera*.L) dans la région de Biskra. Mémoire de magister doctora University of Mohamed Kheider Biskra, Algeria.
- Doiseau, A.-C., 2014. Déshydratation catalytique du xylose en furfural; thèse de Doctorat; Université de Claude bernard Lyon 1.
- Dong, L., Cao, G., Wu, J., Liu, B., Xing, D., Zhao, L., Zhou, C., Feng, L., Ren, N., 2019. High-solid pretreatment of rice straw at cold temperature using NaOH / Urea for enhanced enzymatic conversion and hydrogen production. *Bioresource Technology* 287.
- Donoso-Bravo, A., Pérez-Elvira, S., Aymerich, E., Fdz-Polanco, F., 2011. Assessment of the influence of thermal pre-treatment time on the macromolecular composition and anaerobic biodegradability of sewage sludge. *Bioresource Technology* 102, 660–666. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.08.035>
- Drake, H.L. (Ed.), 1994. Acetogenesis. Chapman and HALL, New York, London. <https://doi.org/10.1007/978-1-4615-1777-1>
- DSA, 2019. Direction des Services Agricoles (DSA), service des statistique, Adrar, Algeria.
- Du, J., Qian, Y., Xi, Y., Lü, X., 2019. Hydrothermal and alkaline thermal pretreatment at mild temperature in solid state for physicochemical properties and biogas production from anaerobic digestion of rice straw. *Renewable Energy* 139, 261–267.

- Dumas, C., Silva, G., Damasceno, G., Barakat, A., Carrère, H., Steyer, J., Rouau, X., 2015. Effects of grinding processes on anaerobic digestion of wheat straw. *Industrial Crops & Products* 74, 450–456. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.03.043>
- Dutta, K., Daverey, A., Lin, J.G., 2014. Evolution retrospective for alternative fuels: First to fourth generation. *Renewable Energy* 69, 114–122. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2014.02.044>
- Eftaxias, A., Diamantis, V., Michailidis, C., Stamatelatou, K., Aivasidis, A., 2020. Comparison of anaerobic digesters performance treating palmitic, stearic and oleic acid: determination of the LCFA kinetic constants using ADM1. *Bioprocess and Biosystems Engineering*. <https://doi.org/10.1007/s00449-020-02328-2>
- El may, Y., Jeguirim, M., Dorge, S., Trouvé, G., Said, R., 2013. Experimental investigation on gaseous emissions from the combustion of date palm residues in laboratory scale furnace. *Bioresource Technology* 131, 94–100. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.12.120>
- El may, Y., Jeguirim, M., Dorge, S., Trouvé, G., Said, R., 2012. Study on the thermal behavior of different date palm residues: Characterization and devolatilization kinetics under inert and oxidative atmospheres. *Energy* 44, 702–709. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2012.05.022>
- Elseify, L.A., Midani, M., Hassanin, A.H., Hamouda, T., Khiari, R., 2020. Long textile fibres from the midrib of date palm: Physicochemical, morphological, and mechanical properties. *Industrial Crops & Products* 151.
- Elseify, L.A., Midani, M., Shihata, L.A., 2019. Review on cellulosic fibers extracted from date palms (*Phoenix Dactylifera L.*) and their applications. *Cellulose* 26, 2209–2232. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02259-6>
- Eric, K., Albert, O., Rodrigue, A., Adouby, K., Drogui, P., Dayal, R., 2020. Anaerobic mono-digestion of wastewater from the main slaughterhouse in Yamoussoukro (Côte d ' Ivoire): Evaluation of biogas potential and removal of organic pollution. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 8.
- Ersahin, M.E., 2018. Modeling the dynamic performance of full-scale anaerobic primary sludge digester using Anaerobic Digestion Model No. 1 (ADM1). *Bioprocess and Biosystems Engineering* 41, 1539–1545. <https://doi.org/10.1007/s00449-018-1981-5>
- Eskicioglu, C., Monlau, F., Barakat, A., Ferrer, I., 2017. Assessment of hydrothermal pretreatment of various lignocellulosic biomass with CO₂ catalyst for enhanced methane and hydrogen production 120, 32–42. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.04.068>
- Fadhil, A.B., Alhayali, M.A., Saeed, L.I., 2017. Date (*Phoenix dactylifera L.*) palm stones as

- a potential new feedstock for liquid bio-fuels production. *Fuel* 210, 165–176.
- Fadlaoui, S., 2017. Application de la technique de modélisation de l'architecture du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) pour la caractérisation des cultivars. Thèse de Magister en sciences agronomiques, Université Mohamed Khider Biskra, Algeria.
- Fang, C., Boe, K., Angelidaki, I., 2011. Anaerobic co-digestion of by-products from sugar production with cow manure. *Water Research* 45, 3473–3480. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.04.008>
- Fang, C., Schmidt, J.E., Cybulska, I., Brudecki, G.P., Frankær, C.G., Thomsen, M.H., 2015. Hydrothermal Pretreatment of Date Palm (*Phoenix dactylifera L.*) Leaflets and Rachis to Enhance Enzymatic Digestibility and Bioethanol Potential. *BioMed Research International* 2015.
- Fang, W., Zhang, P., Zhang, X., Zhu, X., Lier, J.B. Van, Spanjers, H., 2018. White rot fungi pretreatment to advance volatile fatty acid production from solid-state fermentation of solid digestate: Efficiency and mechanisms. *Energy* 162, 534–541. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2018.08.082>
- Farhat, A., Asses, N., Ennouri, H., Hamdi, M., Bouallagui, H., 2018. Combined effects of thermal pretreatment and increasing organic loading by co-substrate addition for enhancing municipal sewage sludge anaerobic digestion and energy production. *Process Safety and Environmental Protection* 119, 14–22. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2018.07.013>
- Fenton, O., Ó huallacháin, D., 2012. Agricultural nutrient surpluses as potential input sources to grow third generation biomass (microalgae): A review. *Algal Research* 1, 49–56. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2012.03.003>
- Ferr, C., Ferr, A., Ferr, M., 2018. Physical and Mechanical Properties of Particleboard Made from Palm Tree Prunings. *Forests* 9, 1–14. <https://doi.org/10.3390/f9120755>
- Filho, G.R., Assuncao, R.M.N. de, Vieira, J.G., Meireles, C. da S., Cerqueira, D.A., Barud, H. da S., Ribeiro, S.J.L., Messaddeq, Y., 2007. Characterization of methylcellulose produced from sugar cane bagasse cellulose: Crystallinity and thermal properties. *Polymer Degradation and Stability* 92, 205–210. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2006.11.008>
- Fotidis, I.A., Karakashev, D., Kotsopoulos, T.A., Martzopoulos, G.G., Angelidaki, I., 2013. Effect of ammonium and acetate on methanogenic pathway and methanogenic community composition. *FEMS Microbiology Ecology* 83, 38–48. <https://doi.org/10.1111/j.1574-6941.2012.01456.x>

- Francisci, D. De, Kougiyas, P.G., Treu, L., Campanaro, S., Angelidaki, I., 2015. Microbial diversity and dynamicity of biogas reactors due to radical changes of feedstock composition. *Bioresource Technology* 176, 56–64. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.10.126>
- Freha, G., 2015. Caractérisation physicochimique , phytochimique et biochimique de cinq variétés de dattes d ' Algérie , Phoenix dactylifera L . Effets de leur ingestion sur certains paramètres biologiques (Glycémie, profil lipidique, index glycémique et pression artériel. Thèse de doctorat , Université Badji Mokhtar Annaba, Algeria.
- Fu, S., Wang, F., Shi, X., Guo, R., 2016. Impacts of microaeration on the anaerobic digestion of corn straw and the microbial community structure 287, 523–528. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2015.11.070>
- Gabhane, J., Kumar, S., Sarma, A.K., 2020. Effect of glycerol thermal and hydrothermal pretreatments on lignin degradation and enzymatic hydrolysis in paddy straw. *Renewable Energy* 154, 1304–1313.
- Galiwango, E., Abdel, N.S., Al-marzouqi, A.H., Abu-omar, M.M., Khaleel, A.A., 2019. Isolation and characterization of cellulose and α -cellulose from date palm biomass waste. *Heliyon* 5.
- Gallegos, D., Wedwitschka, H., Moeller, L., Zehnsdorf, A., Stinner, W., 2017. Effect of particle size reduction and ensiling fermentation on biogas formation and silage quality of wheat straw. *Bioresource Technology* 245, 216–224.
- Gatt, E., 2019. Etude de la déconstruction de résidus agricoles lignocellulosiques par extrusion biocatalytique. Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Toulouse (Toulouse INP), France.
- Ge, X., Matsumoto, T., Keith, L., Li, Y., 2014. Bioresource Technology Biogas energy production from tropical biomass wastes by anaerobic digestion. *Bioresource Technology* 169, 38–44. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.06.067>
- Gerardi, M.H., 2003. The microbiology of anaerobic digesters, waste water microbiology series. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey.
- Gharianiand, I., Najjar, T., 2017. Experimental Anaerobic Digestion of Poultry Droppings and Microbiological and Energetic Monitoring of the Process under Study. *International Journal of Advanced Engineering Research and Science* 4, 7–19.
- Ghasemi, A., Moosavi-Nasab, M., 2020. Production of second-generation biodiesel using low-quality date fruits Abouzar. *Biotechnology Reports*. <https://doi.org/https://doi.org/>
- Ghasemzadeh, K., Jalilnejad, E., Basile, A., 2017. Production of bioalcohol and biomethane,

- in: *Bioenergy Systems for the Future: Prospects for Biofuels and Biohydrogen*. Elsevier Ltd., pp. 61–86. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101031-0.00003-X>
- Gogate, P.R., Kabadi, A.M., 2009. A review of applications of cavitation in biochemical engineering / biotechnology. *Biochemical Engineering Journal* 44, 60–72. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2008.10.006>
- Gould, M.C., 2015. Bioenergy and Anaerobic Digestion, in: *Bioenergy*. Anju Dahiya, pp. 297–317. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-407909-0.00018-3>
- Gu, X.Y., Liu, J.Z., Wong, J.W.C., 2018. Control of lactic acid production during hydrolysis and acidogenesis of food waste. *Bioresource Technology* 247, 711–715. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.09.166>
- Gu, Y., Chen, X., Liu, Z., Zhou, X., Zhang, Y., 2014. Effect of inoculum sources on the anaerobic digestion of rice straw. *Bioresource Technology* 158, 149–155. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.02.011>
- Gu, Y., Zhang, Y., Zhou, X., 2015. Effect of Ca (OH) 2 pretreatment on extruded rice straw anaerobic digestion. *Bioresource Technology* 196, 116–122. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2015.07.004>
- Gujer, W., Zehnder, a J.B., 1983. Conversion Processes in Anaerobic Digestion. *Water Sci Technol* 15, 127–167.
- Guo, X., Fu, Y., Miao, F., Yu, Q., Liu, N., Zhang, F., 2020. Efficient separation of functional xylooligosaccharide , cellulose and lignin from poplar via thermal acetic acid / sodium acetate hydrolysis and subsequent kraft pulping. *Industrial Crops & Products* 153.
- Guodong, Q., Ronghou, L., 2011. Effects of different concentrations of NaOH pretreatment on anaerobic digestion of rice straw for biogas production. *Transactions of the CSAE* 27, 1–5.
- Hackstein, J.H.P., Steinbu, A., 2010. *Microbiology Monographs Vol.19: (Endo)symbiotic Methanogenic Archaea*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-13615-3>
- Hadj, S.T., 2010. Etude ethnobotanique, activité antioxydante et analyse phytochimique de quelques cultivars de palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) du Sud-Est Algérien. Mémoire de magister Université d’Oran–Es Senia Algérie.
- Hafemann, E., Battisti, R., Marangoni, C., Machado, R.A.F., 2019. Valorization of royal palm tree agroindustrial waste by isolating cellulose nanocrystals. *Carbohydrate Polymers* 218, 188–198.
- Hajji, A., Rhachi, M., 2013. The influence of particle size on the performance of anaerobic

- digestion of municipal solid waste. *Energy Procedia* 36, 515–520. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2013.07.059>
- Herrmann, C., Heiermann, M., Idler, C., Prochnow, a., 2012. Particle Size Reduction during Harvesting of Crop Feedstock for Biogas Production I: Effects on Ensiling Process and Methane Yields. *Bioenergy Research* 5, 926–936. <https://doi.org/10.1007/s12155-012-9206-2>
- Hess, J., 2007. Modélisation de la qualité du biogaz produit par un fermenteur méthanogène et stratégie de régulation en vue de sa valorisation. Thèse de doctorat, l'Université de Nice - Sophia Antipolis, France.
- Horikawa, Y., Hirano, S., Mihashi, A., Kobayashi, Y., 2019. Prediction of Lignin Contents from Infrared Spectroscopy: Chemical Digestion and Lignin / Biomass Ratios of *Cryptomeria japonica*. *Applied biochemistry and biotechnology* 188, 1066–1076.
- Huang, Z., 2012. Enhanced biogas production by increasing organic load rate in mesophilic anaerobic digestion. TRITA-LWR Degree Project 12:17.
- Ilyas, R.A., Sapuan, S.M., Ishak, M.R., 2018. Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from sugar palm fibres (*Arenga Pinnata*). *Carbohydrate Polymers* 181, 1038–1051.
- Ilyas, R.A., Sapuan, S.M., Ishak, M.R., Zainudin, E.S., 2019. Sugar palm nanofibrillated cellulose (*Arenga pinnata* (*Wurmb* .) Merr): Effect of cycles on their yield , physico-chemical , morphological and thermal behavior. *International Journal of Biological Macromolecules* 123, 379–388.
- Ismail, Z.Z., Talib, A.R., 2014. Assessment of anaerobic co-digestion of agro wastes for biogas recovery: A bench scale application to date palm wastes. *International Journal of Energy and Environment* 5, 591–600.
- Izumi, K., Okishio, Y., Nagao, N., Niwa, C., Yamamoto, S., Toda, T., 2010. Effects of particle size on anaerobic digestion of food waste. *International Biodeterioration & Biodegradation* 64, 601–608. <https://doi.org/10.1016/j.ibiod.2010.06.013>
- Jaafar, K.A., 2010. Biogas Production by Anaerobic Digestion of Date Palm Pulp Waste. *Al-Khwarizmi Engineering Journal* 6, 14–20.
- Jaffar, M., Pang, Y., Yuan, H., Zou, D., Liu, Y., Zhu, B., Korai, R.M., Li, X., 2016. Wheat straw pretreatment with KOH for enhancing biomethane production and fertilizer value in anaerobic digestion. *Chinese Journal of Chemical Engineering* 24, 404–409. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2015.11.005>
- Janke, L., Weinrich, S., Leite, A.F., Terzariol, F.K., Nikolausz, M., Nelles, M., Stinner, W.,

2017. Improving anaerobic digestion of sugarcane straw for methane production : Combined benefits of mechanical and sodium hydroxide pretreatment for process designing. *Energy Conversion and Management* 141, 378–389.
- Jaradat, A.A., 2015. Biodiversity, Genetic Diversity, and Genetic Resources of Date Palm, in: *Date Palm Genetic Resources and Utilization: Volume 1: Africa and the Americas*. Springer Science, pp. 1–546. <https://doi.org/10.1007/978-94-017-9694-1>
- Jean-Louis, C., 2011. *Microbiologie alimentaire, Contrôle microbiologique des aliments*.
- Jeguirim, M., Khiari, B., Limousy, L., 2019. Biomass feedstocks, in: Jeguirim, M., Limousy, L. (Eds.), *Char and Carbon Materials Derived from Biomass*. Elsevier Inc., pp. 1–38. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814893-8.00001-8>
- Jonoobi, M., Shafie, M., Shirmohammadli, Y., Ashori, A., Zarea-, H., 2019. A Review on Date Palm Tree : Properties , Characterization and Its Potential Applications. *Journal of Renewable Materials* 7. <https://doi.org/10.32604/jrm.2019.08188>
- Junaid, M., Waqas, A., Nawaz, I., 2019. Synergistic effect of alkaline pretreatment and magnetite nanoparticle application on biogas production from rice straw. *Bioresource Technology* 275, 288–296. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.12.051>
- K.Wang, L., Ivanov, V., Tay, J.-H., Hung, Y.-T., 2010. *Handbook of environmental engineering, Volume 10: Environmental Biotechnology*. Humana Press, New York, NY. <https://doi.org/10.1007/978-1-60327-140-0>
- Kainthola, J., Kalamdhad, A.S., Goud, V. V., 2019. A review on enhanced biogas production from anaerobic digestion of lignocellulosic biomass by different enhancement techniques. *Process Biochemistry* 84, 81–90. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2019.05.023>
- Kalloum, S., Bouabdessalem, H., Touzi, a., Iddou, a., Ouali, M.S., 2011. Biogas production from the sludge of the municipal wastewater treatment plant of Adrar city (southwest of Algeria). *Biomass and Bioenergy* 35, 2554–2560. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2011.02.012>
- Kalloum, S., Fathya, S., Assia, K., Hamza, M., 2014. Influence of inoculums / substrate ratios (ISRs) on the mesophilic anaerobic digestion of slaughterhouse waste in batch mode : Process stability and biogas production. *Energy Procedia* 50, 57–63. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2014.06.007>
- Kalloum, S., Iddou, A., Touzi, M.K.A., 2013. Utilisation du procédé de la digestion anaérobie pour le traitement des boues des stations d ’ épuration des eaux us ées. *Revue des Energies Renouvelables* 16, 611–618.

- Kamdem, I., Hiligsmann, S., Vanderghem, C., Jacquet, N., Tiappi, F.M., Richel, A., Jacques, P., Thonart, P., 2018. Enhanced Biogas Production During Anaerobic Digestion of Steam-Pretreated Lignocellulosic Biomass from Williams Cavendish Banana Plants. *Waste and Biomass Valorization* 9, 175–185. <https://doi.org/10.1007/s12649-016-9788-6>
- Kang, X., Zhang, Y., Song, B., Sun, Y., Li, L., He, Y., 2019. The effect of mechanical pretreatment on the anaerobic digestion of Hybrid Pennisetum. *Fuel* 252, 469–474. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.04.134>
- Kaparaju, P., Serrano, M., Angelidaki, I., 2010. Optimization of biogas production from wheat straw stillage in UASB reactor. *Applied Energy* 87, 3779–3783. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2010.06.005>
- Kavitha, S., Subbulakshmi, P., Banu, J.R., Gobi, M., Tae, I., 2017. Enhancement of biogas production from microalgal biomass through cellulolytic bacterial pretreatment. *Bioresource Technology* 233, 34–43. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.02.081>
- Kennedy, N., Zhao, Q.B., Ma, J., Chen, S., Frear, C., 2015. The selective removal of H₂S over CO₂ from biogas in a bubble column using pretreated digester effluent. *Separation and Purification Technology* 144, 240–247. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2015.02.046>
- Khadaroo, S.N.B.A., Eong, P., Gouwanda, D., Grassia, P., 2019. Applicability of various pretreatment techniques to enhance the anaerobic digestion of Palm oil Mill effluent (POME): A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 7, 103310. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.103310>
- Khalida Bousdira, 2007. contribution a la connaissance de la biodiversité du palmier dattier, caractérisation biochimique des cultivars les plus connus. Thèse de Magistère, Université de Boumerdès, Algeria.
- Khalid Rehman Hakeem, Jawaid, M., Alothman, O.Y., 2015. *Agricultural Biomass Based Potential Materials*. Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-13847-3>
- Khanal, S.K., Grewell, D., Sung, S., Leeuwen, J.H. Van, 2007. Ultrasound Applications in Wastewater Sludge Pretreatment: A Review. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* 37, 277–313. <https://doi.org/10.1080/10643380600860249>
- Khatri, S., Wu, S., Kizito, S., Zhang, W., Li, J., Dong, R., 2015. Synergistic effect of alkaline pretreatment and Fe dosing on batch anaerobic digestion of maize straw. *Applied Energy* 158, 55–64. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2015.08.045>
- Kim, D.-J., Lee, J., 2012. Ultrasonic sludge disintegration for enhanced methane production in anaerobic digestion: effects of sludge hydrolysis efficiency and hydraulic retention time.

- Bioprocess Biosyst Eng 35, 289–296. <https://doi.org/10.1007/s00449-011-0588-x>
- Kirchmann, H., Witter, E., 1992. Composition of Fresh , Aerobic and Anaerobic Farm Animal Dungs 40, 137–142.
- Kleinstaub, S., 2019. Metagenomics of Methanogenic Communities in Anaerobic Digesters, in: Stams A., Sousa D. (Eds), Biogenesis of Hydrocarbons, Handbook of Hydrocarbon and Lipid Microbiology. Springer, Cham, pp. 337–359.
- Kochan, T., Klimkevi, L., Strak, A., Ma, S., Navickait, L., Gaili, S., Budrien, S., 2020. Starch hydrolysis using maltogenase immobilized via different techniques. International Journal of Biological Macromolecules 144, 544–552.
- Kounouz, R., 2005. Étude de la fermentescibilité in vitro de plantes présahariennes par la microflore ruminale d’ovins. Évaluation de la contribution spécifique des différentes fractions pariétales au pool des produits fermentaires. Université Mentouri Constantine.
- Koupaie, E.H., Dahadha, S., Lakeh, A.A.B., Azizi, A., Elbeshbishy, E., 2019. Enzymatic pretreatment of lignocellulosic biomass for enhanced biomethane production-A review. Journal of Environmental Management 233, 774–784. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.09.106>
- Koyama, M., Watanabe, K., Kurosawa, N., Ishikawa, K., Ban, S., Toda, T., 2017. Effect of alkaline pretreatment on mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of a submerged macrophyte : Inhibition and recovery against dissolved lignin during semi-continuous operation. Bioresource Technology 238, 666–674.
- Krishna, G., Chen, L., 2016. Comparison on batch anaerobic digestion of five different livestock manures and prediction of biochemical methane potential (BMP) using different statistical models. Waste Management 48, 492–502. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2015.10.021>
- Krzysztof Ziemiński, 2012. Methane fermentation process as anaerobic digestion of biomass: Transformations, stages and microorganisms. African Journal of Biotechnology 11, 4127–4139. <https://doi.org/10.5897/AJBX11.054>
- Kumar, B., Bhardwaj, N., Agrawal, K., Chaturvedi, V., Verma, P., 2020. Current perspective on pretreatment technologies using lignocellulosic biomass : An emerging biorefinery concept. Fuel Processing Technology 199. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2019.106244>
- Kumar, S., Binti, F., Zain, S., Kumar, B., 2019. The anaerobic digestion process of biogas production from food waste : Prospects and constraints. Bioresource Technology Reports 8.
- Kumar, S., Harijan, K., Jeguirim, M., Soomro, M.I., Nixon, J.D., Uqaili, M.A., 2019.

- Assessment of energy potential of date palm residues in Khairpur district , Pakistan. *BIOFUELS* 7269. <https://doi.org/10.1080/17597269.2019.1610599>
- Kumara Behera, B., Varma, A., 2016a. *Microbial Resources for Sustainable Energy*. Springer International Publishing Switzerland. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-33778-4>
- Kumara Behera, B., Varma, A., 2016b. Chapter 2: Biomethanization, in: *Microbial Resources for Sustainable Energy*. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-33778-4>
- Kunacheva, C., Soh, Y.N.A., Stuckey, D.C., 2017. Effect of feed pH on reactor performance and production of soluble microbial products (SMPs) in a submerged anaerobic membrane bioreactor. *Chemical Engineering Journal* 320, 135–143.
- Laaboudi, A., Mouhouche, B., Zaki, A., 2011. Impact des variations climatiques sur les rendements du palmier dattier dans la region d’adarrar. *Recherche agronomique* 24, 61–70.
- Ladu, J.L.C., Lü, X., 2014. Effects of hydraulic retention time, temperature, and effluent recycling on efficiency of anaerobic filter in treating rural domestic wastewater. *Water Science and Engineering* 7, 168–182. <https://doi.org/10.3882/j.issn.1674-2370.2014.02.005>
- Lalak, J., Kasprzycka, A., Martyniak, D., Tys, J., 2016. Effect of biological pretreatment of *Agropyron elongatum* “BAMAR ” on biogas production by anaerobic digestion 200, 194–200. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2015.10.022>
- Laluce, C., Roldan, I.U., Pecoraro, E., Igbojionu, L.I., Ribeiro, C.A., 2019. Effects of pretreatment applied to sugarcane bagasse on composition and morphology of cellulosic fractions. *Biomass and Bioenergy* 126, 231–238.
- Latha, K., Velraj, R., Shanmugam, P., Sivanesan, S., 2019. Mixing strategies of high solids anaerobic co-digestion using food waste with sewage sludge for enhanced biogas production. *Journal of Cleaner Production* 210, 388–400.
- Lattieff, F.A., 2016. A study of biogas production from date palm fruit wastes. *Journal of Cleaner Production* 139, 1191–1195. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.08.139>
- Lausund, E., 2014. *Anaerobic digestion : biodegradability and biogas production of model wastes*. Master’s Thesis, Norwegian University of Science and Technology.
- Lavergne, C., Bovio-winkler, P., Etchebehere, C., García-gen, S., 2020. Towards centralized biogas plants : Co-digestion of sewage sludge and pig manure maintains process performance and active microbiome diversity. *Bioresource Technology* 297.
- Leite, A.F., Str, H., Nikolausz, M., Nelles, M., Stinner, W., Untreated, C., 2019. Pre-treatment of filter cake for anaerobic digestion in sugarcane biorefineries : Assessment of batch versus semi-continuous experiments. *Renewable Energy* 143, 1416–1426.

- Letellier, M., Fleurent Didier, V., 2012. Caractérisation chimique, physique et mécanique de pieux anciens.
- Li, C., Cheng, G., Balan, V., Kent, M.S., Ong, M., Chundawat, S.P.S., Melnichenko, Y.B., Dale, B.E., Simmons, B.A., Singh, S., 2011. Influence of physico-chemical changes on enzymatic digestibility of ionic liquid and AFEX pretreated corn stover. *Bioresource Technology* 102, 6928–6936. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.04.005>
- Li, D., Liu, S., Mi, L., Li, Z., Yuan, Y., Yan, Z., Liu, X., 2015. *Bioresource Technology* Effects of feedstock ratio and organic loading rate on the anaerobic mesophilic co-digestion of rice straw and pig manure 187, 120–127. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2015.03.040>
- Li, H., Li, C., Liu, W., Zou, S., 2012. Optimized alkaline pretreatment of sludge before anaerobic digestion. *Bioresource Technology* 123, 189–194. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.08.017>
- Li, J., Chufo, A., Yuan, H., Zuo, X., Li, X., 2019. Evaluation of system stability and anaerobic conversion performance for corn stover using combined pretreatment. *Waste Management* 97, 52–62.
- Li, M., Yu, P., Li, S., Wu, X., Xiao, X., Bian, J., 2017. Sequential two-step fractionation of lignocellulose with formic acid organosolv followed by alkaline hydrogen peroxide under mild conditions to prepare easily saccharified cellulose and value-added lignin. *Energy Conversion and Management* 148, 1426–1437.
- Li, W., Fang, A., Liu, B., Xie, G., Lou, Y., Xing, D., 2019. Effect of different co-treatments of waste activated sludge on biogas production and shaping microbial community in subsequent anaerobic digestion. *Chemical Engineering Journal* 378, 122098. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.122098>
- Li, Y., Wang, Y., Yu, Z., Lu, J., Li, D., Wang, G., Li, Y., Wu, Y., Li, S., Xu, F., Li, G., Gong, X., 2018. Effect of inoculum and substrate / inoculum ratio on the performance and methanogenic archaeal community structure in solid state anaerobic co-digestion of tomato residues with dairy manure and corn stover. *Waste Management* 81, 117–127. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.09.042>
- Li, Y., Xu, H., Hua, D., Zhao, B., Mu, H., Jin, F., Meng, G., 2020. Two-phase anaerobic digestion of lignocellulosic hydrolysate : Focusing on the acidification with different inoculum to substrate ratios and inoculum sources. *Science of the Total Environment* 699.
- Liao, Y., Beeck, B. Op De, Thielemans, K., Ennaert, T., Snelders, J., Dusselier, M., Courtin, C.M., Sels, B.F., 2020. The role of pretreatment in the catalytic valorization of cellulose. *Molecular Catalysis* 487.

- Liebetrau, J., Weinrich, S., Sträuber, H., 2019. Anaerobic Fermentation of Organic Material : Biological Processes and Their Control Parameters, in: Handbook of Water and Used Water Purification. Springer, Cham.
- Liew, L.N., Shi, J., Li, Y., 2012. Methane production from solid-state anaerobic digestion of lignocellulosic biomass. *Biomass and Bioenergy* 46, 125–132. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2012.09.014>
- Lindmark, J., Leksell, N., Schnürer, A., Thorin, E., 2012. Effects of mechanical pre-treatment on the biogas yield from ley crop silage. *Applied Energy* 97, 498–502. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2011.12.066>
- Liu, A., Chou, C., Chen, L., Kuo, C., 2015. Bacterial community dynamics in a swine wastewater anaerobic reactor revealed by 16S rDNA sequence analysis. *Journal of Biotechnology* 194, 124–131.
- Liu, C., Chufo, A., Tong, H., Shi, S., Zhang, L., 2018. Biogas production and microbial community properties during anaerobic digestion of corn stover at different temperatures. *Bioresource Technology* 261, 93–103.
- Liu, J., Dong, L., Dai, Q., Liu, Y., Tang, X., Liu, J., 2020. Enhanced anaerobic digestion of sewage sludge by thermal or alkaline-thermal pretreatments : Influence of hydraulic retention time reduction. *International journal of hydrogen energy* 45, 2655–2667.
- Liu, J., Wang, C., Wu, K., Huang, L., Tang, Z., Zhang, C., Wang, C., Zhao, X., Yin, F., Yang, B., Liu, J., 2020. Novel start-up process for the efficient degradation of high COD wastewater with up-flow anaerobic sludge blanket technology and a modified internal circulation reactor. *Bioresource Technology* 308.
- Liu, X., Wang, W., Shi, Y., Zheng, L., Gao, X., Qiao, W., Zhou, Y., 2012. Pilot-scale anaerobic co-digestion of municipal biomass waste and waste activated sludge in China: Effect of organic loading rate. *Waste Management* 32, 2056–2060. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2012.03.003>
- Liu, X., Yan, Z., Yue, Z.-B., 2011. Biogas, in: *Comprehensive Biotechnology*. Elsevier B.V., pp. 99–114. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-088504-9.00165-3>
- Loganath, R., Mazumder, D., 2018. Performance study on organic carbon , total nitrogen , suspended solids removal and biogas production in hybrid UASB reactor treating real slaughterhouse wastewater. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 6, 3474–3484. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.05.031>
- Long, J.H., Aziz, T.N., III, F.L. de los R., Joel J. Ducoste, 2015. Anaerobic co-digestion of fat, oil, and grease (FOG): A review of gas production and process limitations. *Bangladesh*

- Journal of Plant Taxonomy 22, 137–141. <https://doi.org/org/10.1016/j.psep.2011.10.001>
- López Torres, M., Espinosa Llorens, M.D.C., 2008. Effect of alkaline pretreatment on anaerobic digestion of solid wastes. *Waste Management* 28, 2229–2234. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2007.10.006>
- Loughrin, J., Lovanh, N., 2019. Aeration to Improve Biogas Production by Recalcitrant Feedstock. *Environments* 6, 44. <https://doi.org/10.3390/environments6040044>
- Luo, G., Angelidaki, I., 2013. Co-digestion of manure and whey for in situ biogas upgrading by the addition of H₂: Process performance and microbial insights. *Applied Microbiology and Biotechnology* 97, 1373–1381. <https://doi.org/10.1007/s00253-012-4547-5>
- Luo, T., Huang, H., Mei, Z., Shen, F., Ge, Y., Hu, G., Meng, X., 2019. Hydrothermal pretreatment of rice straw at relatively lower temperature to improve biogas production via anaerobic digestion. *Chinese Chemical Letters* 30, 1219–1223.
- Luque, R., Lin, C.S.K., Wilson, K., Clark, J., 2016. *Handbook of Biofuels Production Processes and Technologies*, Woodhead P. ed. Joe Hayton.
- Mahdjour, S., 2013. Contribution à l'étude de deux cytotypes de *lygeum spartum* L. : Extraction et analyse des composés pariétaux ; biométrie des fibres et anatomie de la feuille et de la tige. Thèse de Magistère de l'Université des sciences et de la technologie Mohamed Bodiab d'Oran, Algérie.
- Maheswari, R.U., Mavukkandy, M.O., Adhikari, U., Naddeo, V., Sikder, J., Arafat, H.A., 2020. Synergistic effect of humic acid on alkali pretreatment of sugarcane bagasse for the recovery of lignin with phenomenal properties. *Biomass and Bioenergy* 134.
- Mallaki, M., Fatehi, R., 2014. Design of a biomass power plant for burning date palm waste to cogenerate electricity and distilled water. *Renewable Energy* 63, 286–291. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2013.09.036>
- Mansour, M.L., 2015. Etude de l'influence des pratiques d'élevage sur la qualité du lait : effet de l'alimentation. Thèse Doctorat en Sciences, Université Ferhat Abbas Sétif 1.
- Marchaim, U., Galilee, Miga., Klryat Shmona, 1994a. Les procédés de production de biogaz pour le développement de technologies durables. *Bulletin des services agricoles de la FAO*.
- Marchaim, U., Galilee, Miga., Klryat Shmona, 1994b. Les procédés de production de biogaz pour le développement de technologies durables. *Bulletin des services agricoles de la FAO*, Rome, Italie.
- Marta, K., Paulina, R., Magda, D., Anna, N., Aleksandra, K., 2020. Evaluation of Ultrasound Pretreatment for Enhanced Anaerobic Digestion of *Sida hermaphrodita*. *BioEnergy*

Research.

- Martel, C.T.A.T.J., 2011a. Characterization of Solid Digestates : Part 1 , Review of Existing Indicators to Assess Solid Digestates Agricultural Use 43–58. <https://doi.org/10.1007/s12649-010-9051-5>
- Martel, C.T.A.T.J., 2011b. Characterization of Solid Digestates : Part 2 , Assessment of the Quality and Suitability for Composting of Six Digested Products 113–126. <https://doi.org/10.1007/s12649-010-9059-x>
- Masebinu, S.O., Akinlabi, E.T., Muzenda, E., Aboyade, A.O., Mbohwa, C., 2018. Experimental and feasibility assessment of biogas production by anaerobic digestion of fruit and vegetable waste from Joburg Market. *Waste Management* 75, 236–250. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.02.011>
- Mata-Alvarez, J., 2003. Biomethanization of the Organic Fraction of Municipal Solid Wastes. IWA Publishing, London.
- Maynaud, G., Druilhe, C., Daumoin, M., Jimenez, J., Patureau, D., Torrijos, M., Pourcher, A., Wéry, N., 2017. Bioresource Technology Characterisation of the biodegradability of post-treated digestates via the chemical accessibility and complexity of organic matter 231, 65–74. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.01.057>
- Mccarty, P.L., Mosey, F.E., 1991. Modelling of Anaerobic Digestion Processes (a Discussion of Concepts). *Waf. Sci. Tech* 24, 17–33.
- Megonigal, J.P., Hines, M.E., Visscher, P.T., 2013. Anaerobic Metabolism: Linkages to Trace Gases and Aerobic Processes, in: *Treatise on Geochemistry: Second Edition*. Elsevier Ltd., pp. 273–359. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-095975-7.00808-1>
- Meng, X., Yu, D., Wei, Y., Zhang, Y., Zhang, Q., 2018. Endogenous ternary pH buffer system with ammonia-carbonates-VFAs in high solid anaerobic digestion of swine manure : An alternative for alleviating ammonia inhibition ? *Process Biochemistry* 69, 144–152.
- Minteer, S.D., 2011. Handbook of Biofuels Production, Handbook of Biofuels Production. <https://doi.org/10.1533/9780857090492.2.258>
- Miret, C., Chazara, P., Montastruc, L., Negny, S., Domenech, S., 2016. Design of bioethanol green supply chain: Comparison between first and second generation biomass concerning economic, environmental and social criteria. *Computers and Chemical Engineering* 85, 16–35. <https://doi.org/10.1016/j.compchemeng.2015.10.008>
- Mlaik, N., Khoufi, S., Hamza, M., Ali, M., Sayadi, S., 2019. Biomass and Bioenergy Enzymatic pre-hydrolysis of organic fraction of municipal solid waste to enhance anaerobic digestion. *Biomass and Bioenergy* 127, 105286. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2019.105286>

- Mogni, A., PONTALIER, P.Y., ALBET, J., 2015. Fractionnement des complexes lignine-polyphénols- polysaccharides issus de différentes biomasses lignocellulosiques par extrusion bi-vis et séparation chromatographique. Doctorat Thesis, Toulouse university, Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse).
- Mogni, M.A., 2015. Fractionnement des complexes lignine-polyphénols polysaccharides issus de différentes biomasses lignocellulosiques par extrusion bi-vis et séparation chromatographique. Thèse de Doctorat de l'Université de Toulouse.
- Moletta, R., 2008. Méthanisation de la biomasse. *Techniques de l'ingénieur* 33, 1–21.
- Moletta, R., 2002. La méthanisation de la matière organique. Tech doc Lavoisier Collection 1–12.
- Moli, T., Thariq, M., Sultan, H., Ahsan, Q., 2020. Characterization of alkali treated new cellulosic fibre from *Cyrtostachys renda*. *Journal of Materials Research and Technology* 1–10.
- Möller, K., 2015. Effects of anaerobic digestion on soil carbon and nitrogen turnover, N emissions, and soil biological activity. A review. *Agronomy for Sustainable Development* 35, 1021–1041. <https://doi.org/10.1007/s13593-015-0284-3>
- Möller, K., Müller, T., 2012. Effects of anaerobic digestion on digestate nutrient availability and crop growth: A review. *Engineering in Life Sciences* 12, 242–257. <https://doi.org/10.1002/elsc.201100085>
- Monlau, F., Barakat, A., Trably, E., Dumas, C., Steyer, J.-P., Carrère, H., 2013. Lignocellulosic Materials Into Biohydrogen and Biomethane: Impact of Structural Features and Pretreatment. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* 43, 260–322. <https://doi.org/10.1080/10643389.2011.604258>
- Monson, K.D., Esteves, S.R., Guwy, A.J., Dinsdale, R.M., 2007. Anaerobic Digestion of Biodegradable Municipal Wastes: A Review. University of Glamorgan. <https://doi.org/978-1-84054-157-1>
- Moral, R., Paredes, C., Rufete, B., 2008. Salinity , organic content , micronutrients and heavy metals in pig slurries from South-eastern Spain 28, 367–371. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2007.01.009>
- Morales, A., Gullón, B., Dávila, I., Eibes, G., Labidi, J., Gullón, P., 2018. Optimization of alkaline pretreatment for the co-production of biopolymer lignin and bioethanol from chestnut shells following a biorefinery approach. *Industrial Crops & Products* 124, 582–592.
- Moravvej, Z., Makarem, M.A., Rahimpour, M.R., 2019. The fourth generation of biofuel, in:

- Second and Third Generation of Feedstocks. Elsevier Inc., pp. 557–597.
<https://doi.org/10.1016/b978-0-12-815162-4.00020-3>
- Mortier, N., Velghe, F., Verstichel, S., 2016. Organic Recycling of Agricultural Waste Today: Composting and Anaerobic Digestion, in: Biotransformation of Agricultural Waste and By-Products: The Food, Feed, Fibre, Fuel (4F) Economy. Elsevier Inc., pp. 69–124.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803622-8.00004-5>
- Moset, V., Al-zohairi, N., Møller, H.B., 2015. The impact of inoculum source, inoculum to substrate ratio and sample preservation on methane potential from different substrates. *Biomass and Bioenergy* 83, 474–482. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2015.10.018>
- Mosier, N., Wyman, C., Dale, B., Elander, R., Lee, Y.Y., Holtzapple, M., Ladisch, M., 2005. Features of promising technologies for pretreatment of lignocellulosic biomass. *Bioresource Technology* 96, 673–686. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2004.06.025>
- Moussouni, S., Pintaud, J., Vigouroux, Y., Bouguedoura, N., 2017. Diversity of Algerian oases date palm (*Phoenix dactylifera* L., *Arecaceae*): Heterozygote excess and cryptic structure suggest farmer management had a major impact on diversity. *Plos one* 12, 1–14.
- Mu, L., Zhang, L., Zhu, K., Ma, J., Ifran, M., Li, A., 2020. Anaerobic co-digestion of sewage sludge, food waste and yard waste: Synergistic enhancement on process stability and biogas production. *Science of the Total Environment* 704.
- Mudhoo, A., 2012. *Biogas Production: Pretreatment Methods in Anaerobic Digestion*. Wiley, New Jersey.
- Munda, U.S., Pholane, L., Kar, D.D., Meikap, B.C., 2012. Production of Bioenergy From Composite Waste Materials Made of Corn Waste, Spent Tea Waste, and Kitchen Waste Co-Mixed With Cow Dung. *International Journal of Green Energy* 9, 361–375.
<https://doi.org/10.1080/15435075.2011.621492>
- Munir, M., Al-Hajhoj, M.R., Ghazzawy, H.S., Sallam, A.-K.M., Al-Bahigan, A.M., Al-Muiweed, M.A., 2020. A comparative study of pollination methods effect on the changes in fruit yield and quality of date palm cultivar Khalas. *Asian J Agric & Biol.* 8, 147–157.
<https://doi.org/10.35495/ajab.2019.11.537>
- Mussoline, W., Esposito, G., Lens, P., Spagni, A., Giordano, A., 2013. Enhanced methane production from rice straw co-digested with anaerobic sludge from pulp and paper mill treatment process. *Bioresource Technology* 148, 135–143.
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.08.107>
- Mustafa, A.M., Li, H., Radwan, A.A., Sheng, K., Chen, X., 2018a. Effect of hydrothermal and Ca(OH)_2 pretreatments on anaerobic digestion of sugarcane bagasse for biogas

- production. *Bioresource Technology* 259, 54–60.
- Mustafa, A.M., Li, H., Radwan, A.A., Sheng, K., Chen, X., 2018b. Effect of hydrothermal and $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pretreatments on anaerobic digestion of sugarcane bagasse for biogas production. *Bioresource Technology* 259, 54–60. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.03.028>
- Mustafa, A.M., Poulsen, T.G., Sheng, K., 2016. Fungal pretreatment of rice straw with *Pleurotus ostreatus* and *Trichoderma reesei* to enhance methane production under solid-state anaerobic digestion. *Applied Energy* 180, 661–671.
- Mustafa, A.M., Poulsen, T.G., Xia, Y., Sheng, K., 2017. Combinations of fungal and milling pretreatments for enhancing rice straw biogas production during solid-state anaerobic digestion. *Bioresource Technology* 224, 174–182. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.11.028>
- Muthudineshkumar, R., Anand, R., 2019. Anaerobic digestion of various feedstocks for second-generation biofuel production, in: *Advances in Eco-Fuels for a Sustainable Environment*. Elsevier Ltd., pp. 157–185. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102728-8.00006-1>
- Nabel, M., Temperton, V.M., Poorter, H., Lücke, A., Jablonowski, N.D., 2016. Biomass and Bioenergy Energizing marginal soils e The establishment of the energy crop *Sida hermaphrodita* as dependent on digestate fertilization , NPK , and legume intercropping. *Biomass and Bioenergy* 87, 9–16. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2016.02.010>
- Nabili, A., Arbi, F., Passas, R., Elaloui, E., 2016. Extraction and characterization of cellulose from date palm seeds (*Phoenix dactylifera* L.). *Cellulose chemistry and technology extraction* 50.
- Nair, R.B., Lennartsson, P.R., Taherzadeh, M.J., 2016. Bioethanol Production From Agricultural and Municipal Wastes, in: *Current Developments in Biotechnology and Bioengineering: Solid Waste Management*. Elsevier B.V., pp. 157–190. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63664-5.00008-3>
- Nasser, R.A., Salem, M.Z.M., Hiziroglu, S., Al-Mefarrej, H.A., Mohareb, A.S., Alam, M., Aref, I.M., 2016. Chemical Analysis of Different Parts of Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.) Using Ultimate, Proximate and Thermo-Gravimetric Techniques for Energy Production. *Energy* 9. <https://doi.org/10.3390/en9050374>
- Neves, L., Oliveira, R., Alves, M.M., 2006. Anaerobic co-digestion of coffee waste and sewage sludge 26, 176–181. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2004.12.022>
- Niaz, M., Bakar, A., Radzi, M.K.F., Ismail, N.F., Raza, M.R., Muhamad, N., Azhar, M., 2016. Influence of alkaline treatment and fiber loading on the physical and mechanical properties

- of kenaf / polypropylene composites for variety of applications. *Progress in Natural Science : Materials International* 26, 657–664.
- Nkemka, V.N., Murto, M., 2013. Biogas production from wheat straw in batch and UASB reactors: The roles of pretreatment and seaweed hydrolysate as a co-substrate. *Bioresource Technology* 128, 164–172. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.10.117>
- Nkoa, R., 2014. Agricultural benefits and environmental risks of soil fertilization with anaerobic digestates: A review. *Agronomy for Sustainable Development* 34, 473–492. <https://doi.org/10.1007/s13593-013-0196-z>
- Nujic, M., Velic, N., Habuda-stani, M., 2019. Application of Date-Palm Fibres for the Wastewater Treatment, in: *Sustainable Agriculture Reviews*. Springer Nature Switzerland, pp. 179–191.
- Oh, S.Y., Yoo, I., Shin, Y., Kim, C., Kim, Y., 2005. Crystalline structure analysis of cellulose treated with sodium hydroxide and carbon dioxide by means of X-ray diffraction and FTIR spectroscopy. *Carbohydrate Research* 340, 2376–2391. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2005.08.007>
- Ometto, F., Quiroga, G., Pavel, P., Jefferson, B., Villa, R., 2014. Impacts of microalgae pre-treatments for improved anaerobic digestion : Thermal treatment , thermal hydrolysis , ultrasound and enzymatic hydrolysis. *Water Research* 5, 350–360. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2014.07.040>
- Otabbong, E., Sadovnikova, L., Lakimenko, O., Nilsson, I., Persson, J., 1997. Sewage sludge: Soil conditioner and nutrient source II. Availability of Cu, Zn, Pb and Cd to barley in a pot experiment. *Acta Agriculturae Scandinavica Section B: Soil and Plant Science* 47, 65–70. <https://doi.org/10.1080/09064719709362442>
- Ouaddour;, M.A., Berdaoui, A., 2019. Isolation de la cellulose à partir de la farine du bois et préparation des nanocomposites PMMA/Cellulose et PMMA/Cellulose-g-MMA. Mémoire de master de l'Université Saad Dahlab de Blida ALgeria.
- Oushabi, A., Sair, S., Hassani, F.O., Abboud, Y., Tanane, O., Bouari, A. El, 2017. The effect of alkali treatment on mechanical , morphological and thermal properties of date palm fibers (DPFs): Study of the interface of DPF e Polyurethane composite. *south african journal of chemical engineering* 23, 116–123.
- Pansripong, S., Arjharn, W., Liplap, P., Hinsui, T., 2019. Effect of Ultrasonic Pretreatment on Biogas Production from Rice Straw. *Oriental journal of chemistry* 35.
- Paolo, P., Omo, D., Spena, V.A., 2020. Mechanical pretreatment of lignocellulosic biomass to improve biogas production : Comparison of results for giant reed and wheat straw. *Energy*

- 203, 1–9.
- Park, Y.C., Kim, J.S., 2012. Comparison of various alkaline pretreatment methods of lignocellulosic biomass. *Energy* 47, 31–35. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2012.08.010>
- Pellera, F.M., Gidarakos, E., 2016. Effect of substrate to inoculum ratio and inoculum type on the biochemical methane potential of solid agroindustrial waste. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 4, 3217–3229. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2016.05.026>
- Peng, J., Abomohra, A.E., Elsayed, M., Zhang, X., 2019. Compositional changes of rice straw fibers after pretreatment with diluted acetic acid: Towards enhanced biomethane production. *Journal of Cleaner Production* 230.
- Perrière, R.A.B. De, Amir, H., Bounaga, N., 1995. Prospects for integrated control of “ bayoud ” (*Fusarium* wilt of the date palm) in Algerian plantations. *crop protection* 14, 227–235.
- Phuttaro, C., Sawatdeenarunat, C., Surendra, K.C., Boonsawang, P., 2019. Anaerobic digestion of hydrothermally-pretreated lignocellulosic biomass: Influence of pretreatment temperatures , inhibitors and soluble organics on methane yield. *Bioresource Technology* 284, 128–138. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.03.114>
- Plant, B., Bartocci, P., Massoli, S., Zampilli, M., Fantozzi, F., 2019. An Incubation System to Enhance Biogas and Methane Production : A Case Study of an Existing Biogas Plant in Umbria, Italy. *Processes* 7, 1–14. <https://doi.org/10.3390/pr7120925>
- Qiao, W., Yan, X., Ye, J., Sun, Y., Wang, W., Zhang, Z., 2011. Evaluation of biogas production from different biomass wastes with/without hydrothermal pretreatment. *Renewable Energy* 36, 3313–3318. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2011.05.002>
- Rahman, F., Islam, M.N., Faruk, M.O., Ashaduzzaman, M., Shams, and M.I., 2019. Cellulosic Biofuel: Technologies, Prospects, and Challenges, in: *Handbook of Ecomaterials*, Springer, Cham, pp. 1383–1394.
- Raj, S., Prasad, S., Kyung, O., Young, K., Mo, Y., Woo, J., 2017. Pretreatment of agricultural biomass for anaerobic digestion : Current state and challenges. *Bioresource Technology* 245, 1194–1205. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.08.182>
- Ramos-Suárez, J.L., Carreras, N., 2014. Use of microalgae residues for biogas production. *Chemical Engineering Journal* 242, 86–95. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2013.12.053>
- Raposo, F., Banks, C.J., Siegert, I., Heaven, S., Borja, R., 2006. Influence of inoculum to substrate ratio on the biochemical methane potential of maize in batch tests. *Process Biochemistry* 41, 1444–1450. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2006.01.012>
- Raposo, F., Borja, R., Martín, M.A., Martín, A., de la Rubia, M.A., Rincón, B., 2009. Influence of inoculum-substrate ratio on the anaerobic digestion of sunflower oil cake in

- batch mode: Process stability and kinetic evaluation. *Chemical Engineering Journal* 149, 70–77. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2008.10.001>
- Record, 2009. Freins et développements de la filière biogaz : les besoins en recherche et développement. n°07-0418/1A.
- Riaz, T., Zeeshan, R., Zarif, F., Ilyas, K., Safi, S.Z., Rahim, A., Rizvi, S.A.A., Ur, I., 2018. FTIR analysis of natural and synthetic collagen. *Applied Spectroscopy Reviews* 4928. <https://doi.org/10.1080/05704928.2018.1426595>
- Rima, A., 2013. Analyse de la diversité variétale du Palmier Dattier (*Phoenix dactylifera* L.): Cas des Ziban (Région de Sidi Okba). Mémoire de magister de l'Université Mohamed Khider Biskra Algérie.
- Risberg, K., Cederlund, H., Pell, M., Arthurson, V., Schnürer, A., 2016. Comparative characterization of digestate versus pig slurry and cow manure – Chemical composition and effects on soil microbial activity. *Waste Management*. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2016.12.016>
- Rocha, G.J.M., Andrade, L.P., Martín, C., Araujo, G.T., Filho, V.E.M., Curvelo, A.A.S., 2020. Simultaneous obtaining of oxidized lignin and cellulosic pulp from steam- exploded sugarcane bagasse. *Industrial Crops & Products* 147, 0–5.
- Rodrigo A. Labatut, 2012. Anaerobic biodegradability of complex substrates: performance and stability at mesophilic and thermophilic conditions. Ph.D. theses; Cornell University.
- Romano, R.T., Zhang, R., 2008. Co-digestion of onion juice and wastewater sludge using an anaerobic mixed biofilm reactor 99, 631–637. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2006.12.043>
- Rosemarie, D., Albertson, O.E., 1961. Volatile acids by direct titration. *Water Pollution Control Federation* 33, 356–365. <https://doi.org/10.1073/pnas.0807060105>
- Rouez, M., 2008. Dégradation anaérobie de déchets solides : caractérisation , facteurs d ' influence et modélisations. Thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de Lyon, France.
- Rousset, P., 2004. Pyrolyse pour le bois traite par haute température : de la microparticule au bois massif. Thèse de Doctorat, École Nationale du Génie Rural des Eaux et des Forêts, INRA – ENGREF – UHP Nancy 1, France.
- Rubia, M.A. De, Raposo, F., Borja, R., 2011. Influence of particle size and chemical composition on the performance and kinetics of anaerobic digestion process of sunflower oil cake in batch mode. *Biochemical Engineering Journal* 58–59, 162–167. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2011.09.010>

- Saadaoui, N., Rouilly, A., Fares, K., Rigal, L., 2013. Characterization of date palm lignocellulosic by-products and self-bonded composite materials obtained thereof. *Materials and Design* 50, 302–308. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.03.011>
- Saber, M., 2015. Designing biogas units for cleaner energy production from different wastewater effluents. *Desalination and Water Treatment* 1–7. <https://doi.org/10.1080/19443994.2015.1022002>
- Şahinkaya, S., Sevimli, M.F., 2013. Synergistic effects of sono-alkaline pretreatment on anaerobic biodegradability of waste activated sludge. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 19, 197–206. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2012.08.002>
- Salama, E., Saha, S., Kurade, M.B., Dev, S., Woong, S., Jeon, B., 2019. Recent trends in anaerobic co-digestion : Fat , oil , and grease (FOG) for enhanced biomethanation. *Progress in Energy and Combustion Science* 70, 22–42. <https://doi.org/10.1016/j.pecs.2018.08.002>
- Sambusiti, C., Ficara, E., Malpei, F., Steyer, J.P., Carrière, H., 2013a. Effect of Particle Size on Methane Production of Raw and Alkaline Pre-treated Ensiled Sorghum Forage. *Waste and Biomass Valorization*. <https://doi.org/10.1007/s12649-013-9199-x>
- Sambusiti, C., Ficara, E., Malpei, F., Steyer, J.P., Carrère, H., 2013b. Benefit of sodium hydroxide pretreatment of ensiled sorghum forage on the anaerobic reactor stability and methane production. *Bioresource Technology* 144, 149–155. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.06.095>
- Sambusiti, C., Ficara, E., Malpei, F., Steyer, J.P., Carrère, H., 2012. Influence of alkaline pretreatment conditions on structural features and methane production from ensiled sorghum forage. *Chemical Engineering Journal* 211–212, 488–492. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.09.103>
- Sarto, S., Hildayati, R., Syaichurrozi, I., 2019. Effect of chemical pretreatment using sulfuric acid on biogas production from water hyacinth and kinetics. *Renewable Energy* 132, 335–350. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.07.121>
- Sbiai, A., Kaddami, H., Sautereau, H., Maazouz, A., Fleury, E., 2011. TEMPO-mediated oxidation of lignocellulosic fibers from date palm leaves. *Carbohydrate Polymers* 86, 1445–1450. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.005>
- Schnürer, A., 2016. Biogas Production : Microbiology and Technology, in: Hatti-Kaul R., Mamo G., M.B. (eds) (Ed.), *Anaerobes in Biotechnology. Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology*. Springer, Cham, pp. 195–234. <https://doi.org/10.1007/10>
- Schnürer, A., Jarvis, A., 2009. *Microbiological Handbook for Biogas Plants, Waste*

- Management. Swedish Waste Management U2009:03.
- Sedra, 2003. Le Palmier Dattier base de la mise en valeur des oasis au Maroc.
- Shao, L., Chen, H., Li, Y., Li, J., Chen, G., Wang, G., 2020. Pretreatment of corn stover via sodium hydroxide – urea solutions to improve the glucose yield. *Bioresource Technology* 307.
- Shen, J., Zhao, C., Liu, G., Chen, C., 2017. Enhancing the Performance on Anaerobic Digestion of Vinegar Residue by Sodium Hydroxide Pretreatment. *Waste and Biomass Valorization* 8, 1119–1126. <https://doi.org/10.1007/s12649-016-9666-2>
- Shrestha, S., Fonoll, X., Kumar, S., Raskin, L., 2017. Biological strategies for enhanced hydrolysis of lignocellulosic biomass during anaerobic digestion: Current status and future perspectives. *Bioresource Technology* 245, 1245–1257.
- Siriwongrungsom, V., Zeng, R.J., Angelidaki, I., 2007. Homoacetogenesis as the alternative pathway for H₂ sink during thermophilic anaerobic degradation of butyrate under suppressed methanogenesis. *Water Research* 41, 4204–4210. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2007.05.037>
- Sirry, S.M., Aldakhil, F., Alharbi, O.M.L., Ali, I., 2019. Chemically treated date stones for uranium (VI) uptake and extraction in aqueous solutions. *Journal of Molecular Liquids* 273, 192–202.
- Song, H., Clarke, W.P., Blackall, L.L., 2005. Concurrent microscopic observations and activity measurements of cellulose hydrolyzing and methanogenic populations during the batch anaerobic digestion of crystalline cellulose. *Biotechnology and Bioengineering* 91, 369–378. <https://doi.org/10.1002/bit.20517>
- Song, X., Chufo, A., Zhang, L., Bai, T., Li, X., Zuo, X., 2019. effect of hydrothermal pretreatment severity on the pretreatment characteristics and anaerobic digestion performance of corn stover. *Bioresource Technology* 289, 121646. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.121646>
- Souza, T.S.O., Carvajal, A., Donoso-Bravo, A., Peña, M., Fdz-Polanco, F., 2013. ADM1 calibration using BMP tests for modeling the effect of autohydrolysis pretreatment on the performance of continuous sludge digesters. *Water Research* 47, 3244–3254. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2013.03.041>
- Stamatelatou, K., Antonopoulou, G., Lyberatos, G., 2011. Production of biogas via anaerobic digestion, in: Luque, R., Campelo, J., Clark, J. (Eds.), *Handbook of Biofuels Production*. Woodhead Publishing Limited, pp. 266–304. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1533/9780857090492.2.266>

- Sulaiman, S.A., Naz, M.Y., Inayat, M., Shukrullah, S., Ghaffar, A., 2019. Thermochemical Characteristics and Gasification of Date Palm Fronds for Energy Production. *Theoretical Foundations of Chemical Engineering* 53, 1083–1093. <https://doi.org/10.1134/S0040579519060113>
- Sung, S., Liu, T., 2003. Ammonia inhibition on thermophilic anaerobic digestion. *Chemosphere* 53, 43–52. [https://doi.org/10.1016/S0045-6535\(03\)00434-X](https://doi.org/10.1016/S0045-6535(03)00434-X)
- Syaichurrozi, I., Villta, P.K., Nabilah, N., Rusdi, R., 2019a. Journal of Environmental Chemical Engineering Effect of sulfuric acid pretreatment on biogas production from *Salvinia molesta*. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 7.
- Syaichurrozi, I., Villta, P.K., Nabilah, N., Rusdi, R., 2019b. Effect of sulfuric acid pretreatment on biogas production from *Salvinia molesta*. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 7, 102857. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.102857>
- Szentner, K., Waśkiewicz, A., Kaźmierczak, S., Wojciechowicz, T., Goliński, P., Lewandowska, E., Wasielewski, O., 2019. Enzymatic hydrolysis of cellulose using extracts from insects. *Carbohydrate Research* 485.
- Tabatabaei, M., Aghbashlo, M., Valijanian, E., 2020. A comprehensive review on recent biological innovations to improve biogas production , Part 2 : Mainstream and downstream strategies. *Renewable Energy* 146, 1392–1407. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.07.047>
- Taghizadeh-alisaraei, A., Motevali, A., Ghobadian, B., 2019. Ethanol production from date wastes: Adapted technologies, challenges, and global potential Ahmad. *Renewable Energy* 143, 1094–1110.
- Tahir, M., Hedegaard, M., Ejbye, J., 2017. Hydrothermal pretreatment and enzymatic hydrolysis of mixed green and woody lignocellulosics from arid regions. *Bioresource Technology* 238, 369–378. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.04.065>
- Tambone, F., Scaglia, B., Imporzano, G.D., Schievano, A., Orzi, V., Salati, S., Adani, F., 2010. *Chemosphere* Assessing amendment and fertilizing properties of digestates from anaerobic digestion through a comparative study with digested sludge and compost. *Chemosphere* 81, 577–583. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2010.08.034>
- Tampio, E., Salo, T., Rintala, J., 2016a. Agronomic characteristics of five different urban waste digestates. *Journal of Environmental Management* 169, 293–302. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2016.01.001>
- Tampio, E., Salo, T., Rintala, J., 2016b. Agronomic characteristics of five different urban waste digestates. *Journal of Environmental Management* 169, 293–302.

- <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2016.01.001>
- Tandon, P., Jin, Q., 2017. Microalgae culture enhancement through key microbial approaches. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 80, 1089–1099. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.05.260>
- Tanweer, A., Danish, M., Rafatullah, M., Ghazali, A., Sulaiman, O., Hashim, R., 2012. The use of date palm as a potential adsorbent for wastewater treatment : a review. *Environ Sci Pollut Res* 19, 1464–1484. <https://doi.org/10.1007/s11356-011-0709-8>
- Tao, Y., Evren, M., Ghasimi, D.S.M., Ozgun, H., Wang, H., Zhang, X., Guo, M., Yang, Y., Stuckey, D.C., Lier, J.B. Van, 2020. Biogas productivity of anaerobic digestion process is governed by a core bacterial microbiota. *Chemical Engineering Journal* 380.
- Tasneem, A., Tauseef, S.M., Abbasi, S.A., 2012. *Biogas Energy*. Springer-Verlag New York. <https://doi.org/10.1007/978-1-4614-1040-9>
- Tatangelo, P., 2016. La méthanisation : principe et inhibition par les antibiotiques. thèse de doctorat, université de lorraine, faculté de pharmacie.
- Terral, J.F., Newton, C., Ivorra, S., Gros-Balthazard, M., de Morais, C.T., Picq, S., Tengberg, M., Pintaud, J.C., 2012. Insights into the historical biogeography of the date palm (*Phoenix dactylifera* L.) using geometric morphometry of modern and ancient seeds. *Journal of Biogeography* 39, 929–941. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2699.2011.02649.x>
- Tezel, U., Tandukar, M., Pavlostathis, S.G., 2011. *Anaerobic Biotreatment of Municipal Sewage Sludge*, Second Edition, ed, *Comprehensive Biotechnology* (Second Edition). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-088504-9.00329-9>
- Toumi, J., Miladi, B., Farhat, A., Noura, S., Hamdi, M., Gtari, M., Bouallagui, H., 2015. Microbial ecology overview during anaerobic codigestion of dairy wastewater and cattle manure and use in agriculture of obtained. *Bioresource Technology* 198, 141–149. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2015.09.004>
- Tsapekos, P., Kougias, P.G., Frison, A., Raga, R., Angelidaki, I., 2016. Improving methane production from digested manure biofibers by mechanical and thermal alkaline pretreatment. *Bioresource Technology* 216, 545–552. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.05.117>
- Tsapekos, P., Kougias, P.G., Vasileiou, S.A., Lyberatos, G., Angelidaki, I., 2017. Effect of micro-aeration and inoculum type on the biodegradation of lignocellulosic substrate. *Bioresource Technology* 225, 246–253. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.11.081>
- Tsapekos, P., Kougias, P.G., Vasileiou, S.A., Treu, L., Campanaro, S., Lyberatos, G., Angelidaki, I., 2017. Bioaugmentation with hydrolytic microbes to improve the anaerobic

- biodegradability of lignocellulosic agricultural residues. *Bioresource Technology* 234, 350–359. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.03.043>
- Tu, W., Hallett, J.P., 2019. Recent advances in the pretreatment of lignocellulosic biomass. *Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry* 20, 11–17. <https://doi.org/10.1016/j.cogsc.2019.07.004>
- Turovskiy, I.S., Mathai, P.K., 2006. *Wastewater Sludge Processing*. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey. <https://doi.org/10.1002/047179161X>
- Ulises, J., Omar, I., Saucedo-luevanos, A., Hern, F., Balagurusamy, N., 2019. Insight into Pretreatment Methods of Lignocellulosic Biomass to Increase Biogas Yield : Current State , Challenges , and Opportunities. *applied sciences* 9.
- Ullah, I., Ha, M., Othman, D., Hashim, H., Matsuura, T., Ismail, A.F., Rezaei-dashtarzhandi, M., Azelee, I.W., 2017. Biogas as a renewable energy fuel – A review of biogas upgrading , utilisation and storage 150, 277–294. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2017.08.035>
- Urbaniak-domagala, W., 2012. The Use of the Spectrometric Technique FTIR-ATR to Examine the Polymers Surface, in: *Advanced-Aspects-of-Spectroscopy*. Muhammad Akhyar Farrukh, IntechOpen, DOI: 10.5772/48143. Available from: <https://www.intechopen.com>.
- V.A. Vavilin, L.Y. Lokshina, X. Flotats, I.A., 2007. Anaerobic digestion of solid material Multidimensional modeling of continuous-flow reactor with non-uniform influent concentration distributions.pdf. *Biotechnology and Bioengineering* 97, 354–366.
- van Aarle, I.M., Perimenis, A., Lima-Ramos, J., de Hulst, E., George, I.F., Gerin, P.A., 2015. Mixed inoculum origin and lignocellulosic substrate type both influence the production of volatile fatty acids during acidogenic fermentation. *Biochemical Engineering Journal* 103, 242–249. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2015.07.016>
- Ventura-cruz, S., Flores-alamo, N., Tecante, A., 2020. Preparation of microcrystalline cellulose from residual Rose stems (*Rosa spp.*) by successive delignification with alkaline hydrogen peroxide. *International Journal of Biological Macromolecules* 155, 324–329.
- Venturin, B., Bonatto, C., Damaceno, F.M., Mulinari, J., Fongaro, G., Treichel, H., 2019. Physical , Chemical , and Biological Substrate Pretreatments to Enhance Biogas Yield, in: *Biofuel and Biorefinery Technologies*. Springer Nature Switzerland, pp. 25–44.
- Verma, S., 2002. Anaerobic digestion of biodegradable organics in municipal solid wastes. Master of Science Degree, Department of Earth & Environmental Engineering Foundation School of Engineering & Applied Science Columbia University.
- Vidal, G., Carvalho, A., Méndez, R., 2000. Influence of the content in fats and proteins on the anaerobic biodegradability of dairy wastewaters. *Bioresource Technology* 74, 231–239.

- Vossmeyer, A., Deusner, C., Kato, C., Inagaki, F., Ferdelman, T.G., 2012. Substrate-specific pressure-dependence of microbial sulfate reduction in deep-sea cold seep sediments of the Japan Trench. *Frontiers in Microbiology* 3, 1–12. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2012.00253>
- Wang, D., Ai, P., Yu, L., Tan, Z., Zhang, Y., 2015. ScienceDirect Comparing the hydrolysis and biogas production performance of alkali and acid pretreatments of rice straw using two-stage anaerobic fermentation. *Biosystems Engineering* 132, 47–55. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2015.02.007>
- Wang, D., Xin, Y., Shi, H., Ai, P., Yu, L., 2019. Closing ammonia loop in efficient biogas production: Recycling ammonia pretreatment of wheat straw. *Biosystems Engineering* 180, 182–190. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2019.02.010>
- Wellinger, A., Jerry, M., Baxter, D., 2013. *The biogas handbook: science, production and applications*. Woodhead Publishing Limited, Cambridge. <https://doi.org/10.1533/9780857097415.frontmatter>
- Welton, T., Brandt, A., Gräsvik, J., Hallett, J.P., 2013. Cutting-edge research for a greener sustainable future, critical review. *Green chemistry* 15, 537–848. <https://doi.org/10.1039/c2gc36364j>
- Wenzel, W., 2002. Mikrobiologische Charakterisierung eines Anaerobreaktors zur Behandlung von Rübenmelasseschlempe.
- William A. Telliard, 2001. Method 1684 Total, Fixed, and Volatile Solids in Water, Solids, and Biosolids, U.S. Environmental Protection Agency Office of Water Office of Science and Technology Engineering and Analysis Division (4303) 1200 Pennsylvania Ave. NW Washington, DC 20460.
- Wilson, H., Chin, C.T., Hong, E., Philip, L., Suraishkumar, G.K., Kanti, T., Khiadani, M., 2020. Effect of hybrid (microwave-H₂O₂) feed sludge pretreatment on single and two-stage anaerobic digestion efficiency of real mixed sewage sludge. *Process Safety and Environmental Protection* 136, 194–202.
- Wu, X., Yao, W., Zhu, J., Miller, C., 2010. Biogas and CH₄ productivity by co-digesting swine manure with three crop residues as an external carbon source. *Bioresource Technology* 101, 4042–4047. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.01.052>
- Wu, Z., Lin, Z., Sun, Z., Gou, M., Xia, Z., Tang, Y., 2020. A comparative study of mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of municipal sludge with high-solids content: Reactor performance and microbial community. *Bioresource Technology* 302, 122851. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.122851>

- Wukovits, W., W Schnitzhofer, 2009. Biomass: Fermentation, in: Fuels – Hydrogen Production. Elsevier B.V., pp. 268–275.
- Xiu, Y., Jing, Y., Manickam, S., Fong, M., Chong, S., Joyce, T., 2020. Enzymatic pretreatment to enhance anaerobic bioconversion of high strength wastewater to biogas : A review. *Science of the Total Environment* 713, 136373. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.136373>
- Xu, C., Zhang, J., Zhang, Y., Guo, Y., Xu, H., Liang, C., 2019. Lignin prepared from different alkaline pretreated sugarcane bagasse and its effect on enzymatic hydrolysis. *International Journal of Biological Macromolecules* 141, 484–492.
- Xu, H., Li, Y., Hua, D., Zhao, Y., Mu, H., Chen, H., Chen, G., 2020. Enhancing the anaerobic digestion of corn stover by chemical pretreatment with the black liquor from the paper industry. *Bioresource Technology* 306.
- Xue, Y., Li, Q., Gu, Y., Yu, H., Zhang, Y., Zhou, X., 2020. Improving biodegradability and biogas production of miscanthus using a combination of hydrothermal and alkaline pretreatment. *Industrial Crops & Products* 144.
- Yang, D., Pang, Y., Yuan, H., Chen, S., Ma, J., Yu, L., Li, X., 2014. Enhancing biogas production from anaerobically digested wheat straw through ammonia pretreatment. *Chinese Journal of Chemical Engineering* 22, 576–582. [https://doi.org/10.1016/S1004-9541\(14\)60075-6](https://doi.org/10.1016/S1004-9541(14)60075-6)
- Yang, G., Anderson, G.K., 1992. Determination of bicarbonate and total volatile acid concentration in anaerobic digesters using a simple titration. *Water Environment Research* 64, 53–59. <https://doi.org/10.2175/WER.64.1.8>
- Yang, S., Zhang, Y., Yue, W., Wang, W., Wang, Y.Y., Yuan, T.Q., Sun, R.C., 2016. Valorization of lignin and cellulose in acid - steam - exploded corn stover by a moderate alkaline ethanol post - treatment based on an integrated biorefinery concept. *Biotechnology for biofuels* 9, 1–14. <https://doi.org/10.1186/s13068-016-0656-1>
- Yao, Y., He, M., Ren, Y., Ma, L., Luo, Y., Sheng, H., Xiang, Y., Zhang, H., Li, Q., An, L., 2013. Bioresource Technology Anaerobic digestion of poplar processing residues for methane production after alkaline treatment. *Bioresource Technology* 134, 347–352. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.12.160>
- Yew, G.Y., Lee, S.Y., Show, P.L., Tao, Y., Law, C.L., Nguyen, T.T.C., Chang, J.-S., 2019. Recent advances in algae biodiesel production: From upstream cultivation to downstream processing. *Bioresource Technology Reports* 7, 100227.

- <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2019.100227>
- Yuan, H., Li, R., Zhang, Y., Li, X., Liu, C., 2014. Anaerobic digestion of ammonia-pretreated corn stover. *Biosystems Engineering* 129, 142–148. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2014.09.010>
- Yunqin, L., Dehan, W., Shaoquan, W., Chunmin, W., 2009. Alkali pretreatment enhances biogas production in the anaerobic digestion of pulp and paper sludge 170, 366–373. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.04.086>
- Zabed, H.M., Akter, S., Yun, J., Zhang, G., Awad, F.N., Qi, X., Sahu, J.N., 2019. Recent advances in biological pretreatment of microalgae and lignocellulosic biomass for biofuel production. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 105, 105–128.
- Zayed, M.F., Eisa, W.H., 2014. Phoenix dactylifera L . leaf extract phytosynthesized gold nanoparticles ; controlled synthesis and catalytic activity. *Spectrochimica Acta Part A : Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 121, 238–244.
- Zeynali, R., Khojastehpour, M., Ebrahimi-nik, M., 2017. Effect of ultrasonic pre-treatment on biogas yield and specific energy in anaerobic digestion of fruit and vegetable wholesale market wastes. *Sustainable Environment Research* 27, 259–264.
- Zhang, C., Li, J., Liu, C., Liu, X., Wang, J., Li, S., Fan, G., Zhang, L., 2013. Alkaline pretreatment for enhancement of biogas production from banana stem and swine manure by anaerobic codigestion. *Bioresource Technology* 149, 353–358. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.09.070>
- Zhang, H., Zhang, P., Ye, J., Wu, Y., Fang, W., Gou, X., 2016. Improvement of methane production from rice straw with rumen fluid pretreatment: A feasibility study. *International Biodeterioration & Biodegradation* 113.
- Zhang, J.B., 2011. Procédé de traitement anaérobie des boues et de valorisation du biogaz. Doctorate thesis, Institut national polytechnique de lorraine France.
- Zhang, K., Xu, R., Abomohra, A.E., Xie, S., Yu, Z., Guo, Q., 2019. A sustainable approach for efficient conversion of lignin into biodiesel accompanied by biological pretreatment of corn straw. *Energy Conversion and Management* 199.
- Zhang, L., Lee, Y., Jahng, D., 2011. Anaerobic co-digestion of food waste and piggery wastewater : Focusing on the role of trace elements. *Bioresource Technology* 102, 5048–5059. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.01.082>
- Zhang, M., Zhang, G., Zhang, P., Fan, S., Jin, S., Wu, D., Fang, W., 2014. Bioresource Technology Anaerobic digestion of corn stovers for methane production in a novel bionic reactor. *Bioresource Technology* 166, 606–609.

- <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.05.067>
- Zhang, W., Dai, X., Dong, B., Dai, L., 2020. New insights into the effect of sludge proteins on the hydrophilic / hydrophobic properties that improve sludge dewaterability during anaerobic digestion. *Water Research* 173.
- Zhang, X.J., 2014. Anaerobic Process, in: *Comprehensive Water Quality and Purification*. Science, Elsevier, pp. 108–122. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-382182-9.00046-3>
- Zhang, Y., Banks, C.J., 2013. Impact of different particle size distributions on anaerobic digestion of the organic fraction of municipal solid waste. *Waste Management* 33, 297–307. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2012.09.024>
- Zhang, Y., Chen, X., Gu, Y., Zhou, X., 2015. A physicochemical method for increasing methane production from rice straw: Extrusion combined with alkali pretreatment. *Applied Energy* 160, 39–48. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2015.09.011>
- Zhao, Y., Xu, C., Ai, S., Wang, H., Gao, Y., Yan, L., Mei, Z., Wang, W., 2019. Biological pretreatment enhances the activity of functional microorganisms and the ability of methanogenesis during anaerobic digestion. *Bioresource Technology* 290, 121660. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.121660>
- Zheng, M., Li, X., Li, L., Yang, X., He, Y., 2009a. Enhancing anaerobic biogasification of corn stover through wet state NaOH pretreatment. *Bioresource Technology* 100, 5140–5145. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.05.045>
- Zheng, M., Li, X., Li, L., Yang, X., He, Y., 2009b. Bioresource Technology Enhancing anaerobic biogasification of corn stover through wet state NaOH pretreatment. *Bioresource Technology* 100, 5140–5145. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.05.045>
- Zhu, J., Wan, C., Li, Y., 2010. Enhanced solid-state anaerobic digestion of corn stover by alkaline pretreatment. *Bioresource Technology* 101, 7523–7528. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.04.060>
- Zubrowska-sudol, M., Podedworna, J., Sytek-szmeichel, K., Bisak, A., Krawczyk, P., Garlicka, A., 2018. The effects of mechanical sludge disintegration to enhance full-scale anaerobic digestion of municipal sludge. *Thermal Science and Engineering Progress* 5, 289–295.
- Zuo, X., Yuan, H., Wachemo, A.C., Wang, X., Zhang, L., Li, J., Wen, H., Wang, J., Li, X., 2020. The relationships among sCOD , VFAs , microbial community , and biogas production during anaerobic digestion of rice straw pretreated with ammonia. *Chinese Journal of Chemical Engineering* 28, 286–292.

PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS

Publications internationales :

1. **Mohammed Djaafri**, Slimane Kalloum, Kamel Kaidi, Fethya Salem, Soumia Balla, Djelloul Meslem, Abdelkader Iddou « Enhanced methane production from dry leaflets of Algerian date palm (*Phoenix dactylifera* L.) *H'mira* cultivar, by alkaline Pretreatment » Waste and Biomass Valorization, Vol. 11, pp.2661-2671, 2020 ; <https://doi.org/10.1007/s12649-018-00574-w>
2. **Mohammed Djaafri**, Slimane Kalloum, Ahmed Elamine Soulimani and Mostefa Khelafi «Bioconversion of dried leaves from Algerian date palm (*Phoenix dactylifera* L.) to biogas by anaerobic digestion » International Journal of Engineering Research in Africa, ISSN: 1663-4144, Vol. 41, pp 131-144; 2019; <http://doi:10.4028/www.scientific.net/JERA.41.131>
3. Kalloum S., **Djaafri M.**, Kaidi K., khelafi M., Tahri A., Salem F.,Touzi A. “Study of Start-up of a Continuous Digester for Biogas Production” Smart Energy Grid Engineering (SEGE), 2016 IEEE, DOI: 10.1109/SEGE.2016.7589543

Communications internationales :

1. 4th International Conference on Alternative Fuels, Energy and Environment (ICAFEE): Future and Challenges ;Date: 18 – 21, October 2019. Feng Chia University, Taichung, Taiwan. “Bioenergy production from wastes of algerian date palm (*phoenix dactylifera* L.): review” **Mohammed Djaafri**, Ikram Mehrez, Fethya Salem, Slimane Kalloum, Gopalakrishnan Kumar
2. 4th International Conference on Alternative Fuels, Energy and Environment (ICAFEE): Future and Challenges ;Date: 18 – 21, October 2019. Feng Chia University, Taichung, Taiwan. “Biomethane production potential of mixed date palm waste from adrar: evaluation of various pretreatment methods” Ikram Mehrez, **Mohammed Djaafri**, Manju Sapkota, Slimane Kalloum, Gopalakrishnan Kumar
3. Conférence Internationale sur les Matériaux, le Patrimoine et l’Environnement en Zones Arides Université Ahmed DRAIA, Adrar 17 & 18 février 2019. « Production du biogaz à partir de deux déchets lignocellulosique saharien : Etude comparative entre les déchets de camelin et les déchets de palmiers dattier (foliole) de la région d’Adrar sud de l’Algérie » **Djaafri Mohammed**, Arroussi Abdelaziz, Kaidi Kamel et Kalloum Slimane
4. International Conference on Sustainable Water Treatment Technologies and

- Environment SUST_WATER2019, UDES, Algeria, 14-16 April 2019 “Treatment of municipal wastewater from the lagooning station in the Adrar city, southwestern of Algeria, using tow green microalgae (*Chlorella vulgaris* and *Scenedesmus obliquus*)” **Djaafri Mohammed**, Benmbarek Boudjemaa and Omari Zinedine
5. The 2nd International Conference on Alternative Fuels and Energy: Future and Challenges – ICAFE 2017, 23-25 October 2017, Daegu, South Korea “ Enhanced methane production from dried leaves of algerian date palm (*phoenix dactylifera l.*) by alkaline pretreatment ” **Mohammed Djaafri**, Slimane Kalloum, Kamel kaidi , soumia bella, Fethya salem, Ahmed Tahri and Abdelkader Iddou.
 6. The Third International Conference on Energy and Sustainable Development. February 07-08, 2017, Adrar, Algeria « Digestion anaérobie mésophile des boues de la station d'épuration de la ville de kenchla nord-est de l'algérie ». **M. Djaafri**, E. Abekhti, S. Kalloum, N. Ababsa, A. Iddou.
 7. Congrès International sur la Valorisation et la Préservation de la Biomasse VAPB'17, Université M'Hamed Bougara Boumerdès, 05-06 Novembre 2017, « Methanisation des dechets organique de restaurant de la residence universitaire de l'universite africaine adrar » A. Tahri, S. Kalloum, Z. Baba amer, K. Kamel, **M. Djaafri**
 8. 1st Euro-Mediterranean conference for environmental integration (EMCED); Sousse, Tunisia, 22-25 novembre 2017, «Open pond culture of green algae chlorella sp. using municipal wastewater as medium in an arid desert» Zinedine Omari, Djamal Zerrouki, **Mohammed Djaafri**
 9. JET'2016 du 3 au 5 mai 2016, Hammamet, Tunisie. « Production de biogaz à partir du dechet de la pomme de terre. » TAHRI A, **DJAAFRI. M.** KHELAFI. M, KAIDI. K, KALLOUM. S, BABAAMAR. Z.
 10. 3^{ème} Conférence Internationale des Energies Renouvelables (CIER 2015) 21-23, Décembre 2015 - Sousse, Tunisie. « Production du CH₄ et H₂ par la digestion anaérobie mésophile des boues liquides brutes (concentrées) issu de premier bassin de la station de lagunage de la ville d'Adrar Sud-Ouest de l'Algérie » **M. Djaafri**, A. Iddou, A. Nekili, S. Kalloum, M. Khelafi, F. salem, A. Laaroussi, B. Hamza, A. Tahri, O. Barako, A. Slimani. D. Messlem,
 11. 5^{ème} édition du congrès international Eaux, Déchets et Environnement (EDE5) 24-26 Novembre 2015 Settat-Maroc « Traitement des boues liquides de premier bassin de la station de lagunage de la ville d'Adrar parla digestion anaérobie mésophile :

optimisation de la concentration du substrat » **M. Djaafri**, A. Iddou, A. Nekili, S. Kalloum, M. Khelafi, F. salem, A. Laaroussi, B. Hamza, A. Tahri, O. Barako, A. Slimani. D. Messlem, K. kaidi, A. lahabab, A. Moulay Ali

12. 22nd European Biomass Conference and Exhibit, 23-26 juin 2014 Hamburg Germany
“Inhibitory effect of seeding on the anaerobic digestion of organic waste from the campus of Adrar university in the southwest of Algeria” **M. Djaafri**, S. Kaloum, M. Khelafi, A. Tahri, F. Salem. K. Kaidi, L. Bensmail. O. Barako, A. Kadri et A. Amahrouch.

Communications nationales :

1. Journée d'étude sur la biomasse et le développement durable (dz-biom 2016) 17 avril 2016 à l'URERMS d'Adrar « Production du biogaz et dépollution des boues liquides de la station de lagunage de la ville d'Adrar par la technique de la digestion anaérobie mésophile » **M.Djaafri**, S. Kalloum, A. Nekili, O. Barako, F. salem, A. Arroussi, B. Hamza, A. Tahri, A. Slimani. D. Messlem, K. kaidi, A. lahabab, A. Moulay Ali, A. Iddou.
2. La 1^{ère} Conférence Nationale sur les Energies Renouvelables et leurs Applications 18 - 19 février 2014, Adrar, Algérie « Etude microbiologique de l'effet de l'ensemencement sur la digestion anaérobie des déchets organiques (déchets collectés de cité universitaire d'Adrar) » **M. Djaafri**, M. Khelafi , S. Kaloum, A. Tahri, F. Salem. K. Kaidi, L. Bensmail. O. Barako, A. Kadri et A. Amahrouch.