

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ahmed Draia Adrar

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département des Sciences de la matière

THESE

En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat 3^{ème} cycle en
Génie de l'environnement et sciences des matériaux



جامعة آدرار - الجزائر

Présentée Par

MEHREZ Ikram

**Augmentation du rendement de biogaz d'une biomasse
lignocellulosique (déchets de palmiers dattier) par
prétraitement**

Soutenue publiquement le: 26/06/2022, devant le jury composé de :

M. TIGRINE Rachid	Pr.	Univ. Adrar	Président
M. KALLOUM Slimane	Pr.	Univ. Adrar	Rapporteur
M. DERBAL Kerroum	Pr.	ENP Costantine	Examineur
M. BOUSSAID Mohammed	MCA.	Univ. Adrar	Examineur
M. BOUSSOUKAIA Tahar	MCA.	Univ. Adrar	Examineur
M. LARBI Ahmed Amine	MRA.	URERMS Adrar	Examineur
M. DAHOU Mohammed Amine	MCA.	Univ. Adrar	Invité

Année universitaire : 2021/2022

REMERCIEMENTS

En premier lieu, je remercie *ALLAH* le Tout Puissant de m'avoir donné la volonté, la santé et le courage pour réaliser ce travail.

Avant de débiter la présentation d'un travail de plusieurs années, il convient évidemment de remercier toutes les personnes ayant soutenu et pris part, tant moralement que financièrement, de près comme de loin, à l'aboutissement de ce périple qu'est la thèse de doctorat. Aussi, je tiens tout d'abord à remercier chaleureusement Monsieur le Professeur Slimane Kalloum, professeur à l'université d'Adrar et responsable du Laboratoire de l'Energie, Environnement et Systèmes d'Information, de l'Université d'Adrar, d'avoir accepté de m'accueillir dans son équipe durant cette thèse, mais également d'avoir bien voulu superviser ce travail tout en me conseillant, aussi bien humainement que techniquement. Après ces années passées ensemble, je tiens à lui exprimer ici ma considération pour ses qualités humaines et mon respect le plus sincère.

Je remercie Monsieur Djaafri mohammed. MRA à Unité de Recherche en Energies Renouvelables en Milieu Saharien (URERMS) d'Adrar, pour m'avoir accueillie pour le stage en 2019 et 2021.

Je remercie Monsieur Gopalakrishnan Kumar, professeur à l'université de Stavanger (UiS), Stavanger, Norvège, pour m'avoir accueillie pour le stage en 2019.

Je souhaite continuer mes remerciements en soulignant le rôle critique important, des membres du jury chargés d'évaluer et d'apprécier la qualité de ces travaux :

Merci à Monsieur Tigrine Rachid, Professeur à l'université d'Adrar, pour m'avoir fait l'honneur d'être président de ma thèse.

Merci à Monsieur Derbal Kerroum, Professeur à ENP de Costantine, pour avoir accepté d'examiner mon travail de thèse.

Merci à Monsieur Boussaid Mohammed, MCA à l'université d'Adrar, pour avoir accepté d'examiner mon travail de thèse.

Merci à Monsieur Boussoukaia Tahar, MCA à l'université d'Adrar, pour avoir accepté d'examiner mon travail de thèse.

Merci à Monsieur Larbi Ahmed Amine, MRA à URERMS d'Adrar, pour avoir accepté d'examiner mon travail de thèse.

Merci à l'ensemble des membres du jury d'avoir aimablement pris la charge de travail qui incombe à cette fonction, d'avoir pris le temps de lire ce manuscrit et d'avoir accepté de faire le déplacement pour venir à la soutenance de cette thèse.

Je tiens également à remercier les membres de l'équipe de bioconversion de l'URERMS d'Adrar, pour leurs aides. Merci Messieurs Djaafri mohammed, Mostefa Khelafi, Kamel Kaidi, Djelloul Meslem, Ahmed Elamine Soulimani, et Madame Soumia Balla.

Mes remerciements vont également à Monsieur Gopalakrishnan Kumar, professeur à l'université de Stavanger (UiS), Stavanger, Norvège, Monsieur K. Chandrasekhar, professeur à l'université de Séoul 03722, République de Corée, Madame Sutha Shobana, professeur à l'université de Ramnad, Tamilnadu, India, Monsieur Sang-Hyoun Kim, professeur à l'université de Séoul 03722, République de Corée, Monsieur Roent Dune A. Cayetano, professeur à l'université de Séoul 03722, République de Corée, Monsieur Sachin Maruti Chavan, professeur à l'université de Stavanger (UiS), Stavanger, Norvège, pour leur excellente collaboration technique et pour avoir partagé leurs connaissances avec moi. Je remercie également Madame Manju Sapkota et Messieurs Oussama Kheireddine Nehar et Georgeio Semaan, pour leurs aides.

Je remercie également les enseignants de la Faculté des Sciences et Technologie de l'université d'Adrar, plus particulièrement, Pr. Bouallala M'hammed, Doyen de la Faculté, pour leur aide.

Je remercie mes très chers parents, ma très chère Mère et mon très cher Père, qui ont toujours cru que j'étais capable et mon motivée pendant tous les moments difficiles.

À

■ *Ma très chère mère et mon très chère père ;*

■ *Ma sœur et mes frères.*

Je dédie ce modeste travail.

Table des matières

Liste des tableaux	i
Liste des figures	iii
Liste des photos	iv
Liste des abréviations	v
Liste des symboles	vi
ملخص	vii
Résumé	ix
Abstract	xi
Introduction générale	1

CHAPITRE I LES PRINCIPES FONDAMENTAUX DU PROCESSUS DE DIGESTION ANAEROBIE

I.1 Introduction	6
I.2 La digestion anaérobie ou méthanisation	7
I.2.1 Historique et intérêts de la digestion anaérobie	7
I.2.2 Les processus biochimiques de digestion anaérobie	8
I.2.2.1 L'hydrolyse	9
I.2.2.2 L'acédogénèse	9
I.2.2.3 L'acétogénèse	11
I.2.2.4 La méthanogénèse	13
I.2.2.5 Les autres réactions	14
I.3 Conditions d'opération de la digestion anaérobie	15
I.3.1 La température	15
I.3.2 Le pH	16
I.3.3 Rapport C/N	17
I.3.4 L'inoculation	18
I.3.5 Le taux d'humidité	19
I.4 Les principaux inhibiteurs de la digestion anaérobie	19
I.4.1 Acides gras volatils	19
I.4.2 L'ammoniac	20
I.4.3 Le sulfure d'hydrogène	20
I.5 Produit de la digestion anaérobie	21
I.5.1 Biogaz	21
I.5.1.1 Composition du biogaz	21
I.5.1.2 Utilisation de biogaz	21
I.5.1.3 Traitement du biogaz	22
I.5.2 Digestat	25
I.6 Type de digesteur anaérobie	25
I.6.1 Procédés discontinus	25
I.6.2 Procédés continu	25

CHAPITRE II LA BIOMASSE LIGNOCELLULOSIQUE

II.1 Introduction	28
II.2 Biomasse lignocellulosique (Types et composition)	29
II.2.1 Structure des biomasses lignocellulosique	31
II.3 Prétraitement des substrats pour améliorer le rendement en méthane	33
II.3.1 Prétraitements physiques	33
II.3.2 Prétraitement chimique	36

II.3.3 Prétraitement biologique.....	38
II.4 Le palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>) : un substrat modèle	39
II.4.1 Palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>): définition et morphologie.....	40
II.4.2 Situation de la culture du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>) en Algérie.....	43
II.4.3 Situation de la culture du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>) dans la région d'Adrar....	43
II.4.4 Les déchets du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>).....	44

CHAPITRE III MATERIELS ET METHODES

III.1 Introduction.....	45
III.2 Prospections sur le terrain	45
III.3 Préparation de substrat	47
III.4 Caractérisation du substrat	49
III.4.1 Matière Sèche et matière organique	49
III.4.2 Mesure de la demande chimique en oxygène.....	49
III.4.3 Caractérisation biochimique du substrat	50
III.4.3.1 Extraction des extractible au soxhlet	51
III.4.3.2 Détermination de la lignine totale	51
III.4.3.3 Analyses des sucres	52
III.4.4 Analyse élémentaire	52
III.4.5 Mesure par la spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	53
III.5 Etude de la méthanisation de déchets du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>)	54
III.5.1 Inoculum	54
III.5.2 Prétraitement	56
III.5.2.1 Prétraitement alcalin.....	56
III.5.2.2 Prétraitement acide	56
III.5.2.3 Prétraitement hydrothermique.....	56
III.5.3 Optimisation de conditions de prétraitement hydrothermique	57
III.5.3.1 Méthodologie de la surface de réponse	57
III.5.4 Mesure de la production de méthane.....	58
III.5.4.1 Méthode automatisée – AMPTS.....	59
III.5.4.2 Mesure de la production de méthane avec la méthode manuelle	60
III.5.4.3 Calcul de la production de méthane de substrat	62
III.5.5 Le potentiel méthanogène théorique	63
III.5.6 Modified Gompertz Equation.....	63

CHAPITRE IV RESULTATS ET DISCUSSION

IV. 1 Introduction.....	65
IV.2 Prospection du terrain de la variété Takarboucht dans la région d'étude	65
IV.2.1 Nombre de différents déchets générés par palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>) .	65
IV.2.2 Proportion du nombre de différents déchets générés par palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>).....	67
IV.2.3 Masse totale des différents déchets générés par palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>)	68
IV.2.4 Evaluation du poids total des déchets généré par la variété de Takarboucht dans la région d'Adrar.....	70
IV.3 Caractérisation des différents déchets du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>)	70
IV.3.1 Caractérisation chimique des différents déchets du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>).....	70
IV.3.2 Caractérisation biochimique des différents déchets du palmier dattier.....	74
IV.4 Etude de la digestion anaérobie du mélange de différents déchets du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera L.</i>).....	76

IV.4. 1 Effets de différents prétraitements sur les caractéristiques des déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)	76
IV.4.1.1 Demande chimique en oxygène soluble (DCOs)	76
IV.4.1.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	78
IV.4.2 production quotidienne de méthane	80
IV.4.3 Rendement cumulé en méthane	81
IV.4.4 Effet du prétraitement sur le rendement cumulé en méthane	84
IV.4.5 Efficacité de la conversion des déchets du palmier dattier (Phoenix dactyliferaL.)	86
IV.4.6 Cinétique de la production de méthane	88
IV.5 Optimisation du prétraitement hydrothermique par la méthode de surface de réponse	89
IV.5.1 Modélisation de la production de méthane	89
IV.5.2 Analyse de la méthodologie de surface de réponse.....	92
IV.5.3 Condition optimale.....	96
IV.6 Evaluation des capacités énergétiques du méthane produit par le mélange des déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) et les palmes de la variété Takarboucht de la région d'Adrar.....	98
IV.6.1 La quantité du méthane produite annuellement	98
IV.6.2 Les capacités énergétiques du méthane produite annuellement	99
Conclusion générale	101
Références bibliographiques	103
PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS	113

Liste des tableaux

CHAPITRE I

LES PRINCIPES FONDAMENTAUX DU PROCESSUS DE DIGESTION ANAEROBIE

Tableau I. 1: Bactéries mésophiles intervenant dans l'hydrolyse.....	9
Tableau I. 2: Exemples de la fermentation du glucose	10
Tableau I. 3: Bactéries interviennent dans l'acédogénèse.....	11
Tableau I. 4: Temps de génération à 35 °C des bactéries syntrophes connues, isolées de digesteurs, avec différents partenaires.....	12
Tableau I. 5: Equation et énergie libre des réactions de dégradation anaérobie de l'éthanol, du propionate et du butyrate.....	12
Tableau I. 6: Réactions de méthanogénèse et variation d'énergie libre standard.....	13
Tableau I. 7: Données thermodynamiques sur la sulfato-réduction.	15
Tableau I. 8: Composition moyenne du biogaz.	21

CHAPITRE II

LA BIOMASSE LIGNOCELLULOSIQUE

Tableau II. 1: Utilisation traditionnelle et artisanale des déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.).....	44
--	----

CHAPITRE III

MATERIELS ET METHODES

Tableau III. 1: composition du mélange de déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) ..	49
Tableau III. 2: Les niveaux de chaque variable indépendante utilisée dans le plan composite centré	58

CHAPITRE IV

RESULTATS ET DISCUSSION

Tableau IV. 1: Nombre des différents déchets générés par palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)	66
Tableau IV. 2: Masse totale des différents déchets générés par palmier dattier (Phoenix dactylifera L.).....	68
Tableau IV. 3: Evaluation du potentiel sous-produits phoenicicoles dans la région d'adrar	70
Tableau IV.4: Caractérisation chimique des différents déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)	71
Tableau IV. 5: Analyse élémentaire de différent déchet de palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)	73
Tableau IV.6: Composition biochimique de différent déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)	74
Tableau IV. 7: Correspondance des pics dans les spectres IR des déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) non traités et traités	79
Tableau IV. 8: Sommaire des différents prétraitements sur le rendement en méthane de déchets lignocellulosique.....	84
Tableau IV. 9: Taux de biodégradation de tous les déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.), variétés de Takarboucht	86
Tableau IV. 10: Données dérivées du modèle de Gompertz modifié	89
Tableau IV. 11: Matrice du plan d'expérience désigné pour le rendement maximal en méthane ..	90

Tableau IV. 12: L'ANOVA pour l'équation du modèle régression quadratique du plan composite centré	91
Tableau IV. 13: L'énergie produite annuellement par le méthane d'origine des déchets du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera</i> L.) de la variété Takarboucht de la région d'Adrar	100

Liste des figures

CHAPITRE I	
LES PRINCIPES FONDAMENTAUX DU PROCESSUS DE DIGESTION ANAEROBIE	
Figure I. 1:	Trois principales technologie de digesteurs continus..... 27
CHAPITRE II	
LA BIOMASSE LIGNOCELLULOSIQUE	
Figure II. 1:	Structure de la cellulose..... 30
Figure II. 2:	Liaisons hydrogène inter et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose. 30
Figure II. 3:	Les principaux sucres des parois cellulaires végétales..... 31
Figure II. 4:	Structuration des microfibrilles et macrofibrilles dans les cellules végétales. 32
Figure II.5:	Modèle d'organisation du complexe lignocellulosique..... 32
Figure II. 6:	Présentation schématique d'un palmier 41
Figure II. 7:	Schéma d'une palme 42
CHAPITRE III	
MATERIELS ET METHODES	
Figure III. 1:	Schéma simplifié du digesteur utilisé 61
Figure III. 2:	Système de liquide déplacé 62
CHAPITRE IV	
RESULTATS ET DISCUSSION	
Figure IV. 1:	Proportion du nombre de chaque type de déchets par palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)..... 67
Figure IV. 2:	Proportion du poids des différents déchets générés par palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)..... 69
Figure IV. 3:	Fraction de lignine soluble et de lignine insoluble de différents déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) 76
Figure IV. 4:	DCOs des déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) traités et non traités. 77
Figure IV. 5:	Graphes IRTF des déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) traités et non traités..... 78
Figure IV. 6:	Production journalier en méthane sous différents prétraitements 80
Figure IV. 7:	Rendement cumulé en méthane sous différent prétraitement..... 82
Figure IV. 8:	Le taux de biodégradation sous différents prétraitements 87
Figure IV. 9:	(A) Surface de réponse et (B) lignes de niveau de l'effet interactif de la température et du temps de réaction sur le rendement cumulé en méthane. 93
Figure IV. 10:	Corrélation entre les valeurs prédites et les valeurs réelles..... 96
Figure IV. 11:	Rendement cumulé en méthane de palmes non traitées et prétraitées par voie hydrothermique 97
Figure IV. 12:	Rendement journalier en méthane de palmes non traitées et prétraitées par voie hydrothermique optimale 98

Liste des photos

Photo III. 1: Nettoyage des palmiers dattiers (<i>Phoenix dactylifera</i> L.)	46
Photo III. 2: Déchets du palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera</i> L.) (a palme, b pétiole, c régime, d pédoncule du régime, e spathe, f fibrilium).	47
Photo III. 3: Broyeur traditionnelle	48
Photo III. 4 : Lavage du substrat.....	48
Photo III. 5: Tamisage du substrat	48
Photo III 6: Usine de biogaz IVAR, Randaberg (Norvège).....	54
Photo III. 7: Boues de la station de lagunage de la ville d'Adrar.....	55
Photo III. 8: Réacteur de l'inoculum.....	55
Photo III 9: Système AMPTS (a unité d'incubation, b unité de fixation du CO ₂ , c unité de mesure du volume de CH ₄).	60
Photo III. 10: Digesteurs incubés dans un bain-marie à 37,0 ± 0,1 °C.....	61

Liste des abréviations

GES	Gaz à Effet de Serre
FAO	Food and Agriculture Organization
IEA	International Energy Agency
AIE	Agence Internationale de l'énergie
AGV	Acides Gras Volatils
OHPA	Obligate Hydrogen Producing Acetogens
HMF	5-Hydroxyméthylfurfural
DCOs	Demande Chimique en Oxygène Soluble
IRTF	Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier
ANOVA	Analysis of variance
AMPTS	Automatic Methane Potentiel Test System
PMT	Potentiel Méthanogène Théorique
PME	Potentiel Méthanogène Expérimental
IB	Indice de Biodégradabilité
ASTM	American Society for Testing and Materials
NREL	National Renewable Energy Laboratory
INRA	Institut National de la Recherche Agronomique

Liste des symboles

$Y(t)$	Production cumulée de méthane (ml CH ₄ /g MO)
H_m	Potentiel maximum de méthane (ml CH ₄ /g MO) à la fin du processus de digestion
R_m	Taux maximum de production de biométhane (ml CH ₄ /g MO/jours)
λ	Phase de latence (h)
SS	Somme des carrés
CM	Carré moyen
F_{bos}	Test de fisher-snedecor
R^2	Coefficient de détermination
P	Probabilité

ملخص

يعتبر التحليل اللاهوائي أحد أكثر الطرق فعالية لإدارة النفايات وإنتاج الطاقة المستدامة. يواجه الهضم اللاهوائي صعوبات في التحلل المائي للكتلة الحيوية اللجنوسليلوزية. تم تطبيق طرق مختلفة للمعالجة المسبقة لجعل اللجنوسليلوز سهل التحلل البيولوجي بواسطة الكائنات الحية الدقيقة من خلال تعزيز تقليل تبلور السليلوز، والقضاء على اللجنين، وتدمير الهياكل المعقدة والتغيرات في التركيب الكيميائي. يهدف هذا العمل إلى دراسة آثار المعالجة الحرارية المائية والقلوية والحمضية المخففة على إمكانات الميثان الحيوي للكتل الحيوية اللجنوسليلوزية المختارة في هذه الدراسة وتحسين ظروف المعالجة الحرارية المائية للحصول على إنتاج الميثان الأمثل باستخدام منهجية سطح الاستجابة.

تظهر النتائج الرئيسية للمسح الميداني على صنف تكربوشت في منطقة أدرار أن هذا الصنف يولد كمية سنوية من النفايات تقدر بـ 7127198 طناً، تمثل الجريد الجزء الأكبر منها (56,98%)، بينما تمثل القمام فقط (4,17%) من مخلفات النخيل.

يقيم هذا البحث آثار المعالجة الحرارية المائية (120 درجة مئوية لمدة 30 دقيقة)، الحمض المخفف (2% غ/غ) حمض الكبريت عند 120 درجة مئوية لمدة 30 دقيقة) والقلوية (6% غ/غ) هيدروكسيد الصوديوم عند 35 درجة مئوية لمدة 24 ساعة) على محصول الميثان من مخلفات النخيل، الصنف تكربوشت. تم هضم مخلفات النخيل المعالجة وغير المعالجة في درجة حرارة متوسطة (36 درجة مئوية) لمدة 20 يوماً. تم الحصول على أعلى طلب للأكسجين الكيميائي القابل للذوبان بواسطة التحلل المائي الناتج عن المعالجة القلوية المسبقة. تم الحصول على أعلى إنتاجية للميثان بلغت 161,86 مل لكل واحد غرام من المواد العضوية من نفايات النخيل غير المعالجة. من بين جميع المعالجات، تم الحصول على أعلى إنتاجية من الميثان مع نفايات نخيل التمر المعالجة بالمعالجة الحرارية المائية (153,35 مل لكل واحد غرام من المواد العضوية، تليها مخلفات نخيل التمر المعالجة بالحمض المخفف (141,65 مل لكل واحد غرام من المواد العضوية) ومخلفات نخيل التمر المعالجة بالمعالجة القلوية (50,78 مل لكل واحد غرام من المواد العضوية). أدت المعالجة القلوية المسبقة إلى تحسين ذوبان مخلفات نخيل التمر، ولكنها لم تحسن بالضرورة إنتاجية الميثان.

تم استخدام منهجية سطح الاستجابة بواسطة المستوى المركب المركزي لتحسين متغيرات العملية (وقت التفاعل ودرجة الحرارة) في المعالجة الحرارية المائية لإنتاج الميثان الحيوي من الهضم اللاهوائي للجريد. تفاوت زمن التفاعل ودرجة الحرارة بين 11-68 دقيقة و80-138 درجة مئوية، على التوالي. تم اعتبار محصول الميثان الحيوي للجريد المعالج مسبقاً كمتغيرات استجابة للظروف المختلفة للعملية. أظهرت النتائج أن الجريد غير المعالج يحتوي على ميثان حيوي محتمل قدره 100,43 مل لكل واحد غرام من المواد العضوية. كان تأثير المعالجة الحرارية المائية على محصول الميثان الحيوي مختلفاً. أدت شدة المعالجة المسبقة التي تقل عن 2,12 إلى زيادة في إنتاج الميثان الحيوي. ومع ذلك، أدت زيادة أخرى في الشدة إلى انخفاض في إنتاج الميثان الحيوي. تم الحصول على المحصول الأمثل للميثان الحيوي (153,49 مل لكل واحد غرام من المواد العضوية) من الجريد المعالج مسبقاً عند 90 درجة مئوية لمدة 60 دقيقة.

تُظهر تقديرات الطاقة الخاصة بالميثان الناتج عن خليط مختلف نفايات النخيل والجريد من صنف تكربوشت في منطقة أدرار أن هذا النوع من الكتلة الحيوية يمكن أن يولد طاقة تقدر ما بين 3000 و 10000 ميغاواط ساعي / سنة

الكلمات المفتاحية: نفايات نخيل التمر، صنف تكربوشت، الذوبان، المعالجات، إنتاج الميثان، منهجية الاستجابة السطحية، تصميم المركب المركزي، التحسين

Résumé

La digestion anaérobie est l'une des méthodes les plus efficaces pour la gestion des déchets et la production d'énergie durable. La digestion anaérobie rencontre des difficultés dans l'hydrolyse de la biomasse lignocellulosique. Différentes méthodes de prétraitement ont été appliquées pour rendre les lignocelluloses facilement biodégradables par les microorganismes en favorisant la réduction de la cristallinité de la cellulose, l'élimination de la lignine, la destruction des structures complexes et changements dans la composition chimique. Ce travail vise à étudier les effets du prétraitement hydrothermique, alcalin et acide dilué sur le potentiel biométhanogène de biomasses lignocellulosiques sélectionnées dans la présente étude et d'optimiser les conditions de prétraitement hydrothermique pour obtenir une production optimale de méthane en utilisant la méthodologie de surface de réponse. Les principaux résultats de l'enquête de terrain sur la variété Takarboucht dans la région d'Adrar montrent que cette variété génère une quantité annuelle de déchets estimée à 7 127 198 tonnes dont les palmes représentent la majeure partie des déchets (56,98%) tandis que le fibrilium ne représente que (4,17%) des déchets du palmier dattier.

Les impacts des prétraitements hydrothermique (120 °C pendant 30 min), acide dilué (2% (p/p) H₂SO₄ à 120 °C pendant 30 min) et alcalin (6% (p/p) NaOH à 35 °C pendant 24 h) sur le rendement en méthane des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) du cultivar Takarboucht ont été étudiés. Les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) prétraités et non traités ont été digérés à une température mésophile (36 °C) pendant 20 jours. La demande chimique en oxygène soluble (DCOs) la plus élevée a été obtenue par l'hydrolysats issu du prétraitement alcalin. Le rendement le plus élevé en méthane de 161,86 ml/g MO a été obtenu à partir de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) non traités. Parmi tous les prétraitements, le rendement en méthane le plus élevé a été obtenu avec les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités par voie hydrothermique (153,35 ml/g MO), suivi par les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités à l'acide dilué (141,65 ml/g MO) et les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités à l'alcalin (50,78 ml/g MO). Le prétraitement alcalin a amélioré la solubilisation des déchets du palmier dattier, mais il n'a pas nécessairement amélioré le rendement en méthane.

La méthodologie de surface de réponse par le plan composite centré a été utilisée pour optimiser les variables du processus (temps de réaction et température) dans le

prétraitement hydrothermique pour la production de biométhane à partir de la digestion anaérobie des palmes. Le temps de réaction et la température ont été variés entre 11-68 min et 80-138 °C, respectivement. Le rendement en méthane des palmes prétraitées a été considéré comme une variable de réponse aux différentes conditions du processus. Les résultats ont montré que les palmes non traités avaient un potentiel de biométhane de 100,43 ml/g de MO. L'effet du prétraitement hydrothermique sur le rendement en méthane était différent. Une sévérité de prétraitement inférieure à 2,12 a entraîné une augmentation du rendement en biométhane. Cependant, une augmentation supplémentaire de la sévérité a conduit à des rendements en biométhane plus faibles. Le rendement optimal en méthane (153,49 ml/g MO) a été obtenu à partir de palme prétraité à 90 °C pendant 60 min.

Les estimations énergétiques du méthane produit par le mélange de différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et de palmiers de la variété Takarboucht dans la région d'Adrar montrent que ce type de biomasse peut générer une énergie estimée entre 3000 et 10000 MWh/an.

Mots clés: déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), cultivar Takarboucht, solubilisation, prétraitements, rendement en méthane, méthodologie de surface de réponse, plan composite centré, optimisation.

Abstract

Anaerobic digestion is one of the most efficient methods for waste management and sustainable energy production. Anaerobic digestion encounters difficulties in the hydrolysis of lignocellulosic biomass. Different pretreatment methods have been applied to make lignocelluloses easily biodegradable by microorganisms by promoting the reduction of cellulose crystallinity, removal of lignin, destruction of complex structures and changes in chemical composition. This work aims to investigate the effects of thermal, alkaline and dilute acid pretreatment on the biomethanogenic potential of selected lignocellulosic biomasses in the present study and optimize hydrothermal pretreatment conditions to achieve optimal methane production using response surface methodology. The main results of the field survey on the Takarbought variety in the Adrar region show that this variety generates an annual quantity of waste estimated at 7 127 198 tons of which the palms constitute the major part of the waste (56,98%) while the fibrilium represent only (4,17%) of the palm by-products.

The impacts of hydrothermal (120 °C for 30 min), dilute acid (2%(w/w) H₂SO₄ at 120 °C for 30 min) and alkali (6% (w/w) NaOH at 35 °C for 24 h) pretreatments on the methane yield from date palm (*Phoenix dactylifera* L.) waste Takarbought cultivar was studied. The pretreated and untreated date palm waste were digested at mesophilic temperature (36 °C) for 20 days. The highest soluble chemical oxygen demand (sCOD) was obtained by hydrolysate from alkali pretreatment. The highest methane yield of 161.86 ml/g VS was obtained from untreated date palm waste. Among all pretreatments, higher methane yield was obtained from hydrothermally pretreated date palm (*Phoenix dactylifera* L.) waste (153,35 ml/g VS), followed by dilute acid pretreated date palm (*Phoenix dactylifera* L.) waste (141,65 ml/g VS) and alkali pretreated date palm (*Phoenix dactylifera* L.) waste (50,78 ml/g VS). Alkali pretreatment improved the solubilization of date palm (*Phoenix dactylifera* L.) waste, however, it may not necessarily provide an enhancement in the methane yield.

The central composite design response surface methodology was used to optimize the process variables (reaction time and temperature) in hydrothermal pretreatment for biomethane production from the anaerobic digestion of palms. Reaction time and temperature were varied between 11-68 min and 80-138 °C, respectively. The methane yield from pretreated palms was considered as response variables to different processes

conditions. Results showed untreated palms had a methane potential of 100,43 ml/ g VS. The effect of hydrothermal pretreatment on the methane yield was distinct. Pretreatment severities less than 2,12 resulted in increased methane yield. However, further increasing the severity led to lower methane yields. The optimum biomethane yield (153, 49 ml/g VS) was obtained from palms pretreated at 90 °C for 60 min.

Energy estimates of the methane produced by mixing different date palm waste and palms of Takarbought variety in the Adrar region show that this type of biomass can generate estimated energy between 3000 and 10000 MWh/year

Keywords: Date palm waste (*Phoenix dactylifera* L.), Takarbought cultivar, solubilization, hydrothermal pretreatment, methane yield, response surface methodology, central composite design, optimization.

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Une source d'énergie durable est une nécessité pour l'expansion humaine. Les sources d'énergie basées sur les combustibles fossiles sont la norme suprême en matière d'énergie à l'échelle mondiale, et supportent actuellement environ 80 % de la consommation mondiale d'énergie. Les combustibles fossiles libèrent également des gaz à effet de serre (GES), par exemple du dioxyde de carbone (CO₂), qui contribue de manière significative aux changements environnementaux [1]. Cependant, l'énergie renouvelable, en tant que moyen prometteur de répondre aux besoins énergétiques mondiaux et d'offrir de multiples avantages environnementaux, peut jouer un rôle essentiel dans le remplacement des combustibles fossiles. Les sources d'énergie propres et renouvelables telles que la biomasse font partie des meilleures solutions pour réduire les émissions de CO₂, favoriser les sources d'énergie alternatives et stimuler l'économie mondiale. La production d'énergie renouvelable va augmenter à un rythme rapide, et l'on estime que 85 % de la demande énergétique sera satisfaite par des énergies renouvelables d'ici 2050 [2]. La production énergétique en Algérie se caractérise essentiellement par une dépendance excessive aux hydrocarbures (pétrole et gaz naturel), qui constituent 93,6% de ses dépenses énergétiques. Environ 90% de l'électricité en Algérie est principalement produite par les centrales au gaz naturel [3]. La création de nouvelles dynamiques socio-économiques autour des énergies renouvelables deviennent des ambitions essentielles pour le gouvernement algérien. Dans le secteur énergétique, l'Algérie a ouvert la voie aux énergies vertes grâce au lancement d'un programme ambitieux visant à promouvoir l'utilisation des énergies renouvelables et l'utilisation efficace de l'énergie ("Ministre de l'énergie", n.d.). D'ici 2030, ce programme vise une capacité totale de production d'électricité de 22 000 MW à partir de ressources énergétiques renouvelables. Ce chiffre comprend 12 000 MW pour les utilisateurs finaux locaux et 10 000 MW pour l'exportation [3].

Il existe donc une forte demande pour une ressource alternative pour la production d'énergie à partir de matières premières renouvelables. Les biocarburants de la première génération utilisaient directement le carbone organique des cultures alimentaires comme l'amidon, le maïs, la canne à sucre et l'huile de palme, ce qui a provoqué une concurrence entre les aliments et les biocarburants. Par conséquent, une biomasse lignocellulosique hautement durable, renouvelable et peu coûteuse, telle que les déchets solides municipaux (résidus de jardinage, meubles, déchets de papier, etc.), les déchets forestiers (branches, écorces, souches, et bois de tige), les déchets de bois (scieries, papeteries, bois de

construction/démolition, emballages en bois, copeaux de bois et granulés), déchets agricoles (bagasse, rafles, épis de maïs, balles, paille, tiges, drêches, déchets de vinification, etc.) et d'autres déchets industriels peuvent être utilisés comme matières premières abondantes et renouvelables pour la production de biocarburants de deuxième génération (biométhane, biohydrogène, bioéthanol, etc.) [4]. La production de biocarburants de deuxième génération à partir de biomasse lignocellulosique résout le problème de la compétitivité alimentaire lié à l'utilisation principalement de la canne à sucre et du maïs comme matières premières pour la production de biocarburants de première génération. La production mondiale de biomasse lignocellulosique est d'environ 120×10^9 tonnes par an, ce qui équivaut à $2,2 \times 10^{21}$ Joule, soit 300 fois plus que les besoins énergétiques mondiaux actuels [2].

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est l'une des biomasses lignocellulosiques les plus largement disponibles dans l'oasis du Sahara algérien. Environ 18 millions de palmier dattier sont répartis pour couvrir plus de 350 000 ha [5]. La région d'Adrar située dans le sud-ouest de l'Algérie est considérée comme l'un des plus importants producteurs de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.). Elle contient environ 3 798 759 millions de palmier dattier [6]. Bouguedoura et al. [7] ont rapporté que dans la seule région d'Adrar, 190 cultivars sont implantés parmi les 1000 cultivars existant en Algérie. Takarboucht est classé parmi les cultivars dominants dans la région d'Adrar. Il occupe la quatrième position après les cultivars H'mira, Tegazza et Tinasser [6]. Il est considéré comme le cultivar le plus résistant à la maladie du Bayoud [8]. Lors du processus de nettoyage saisonnier du palmier dattier, environ 40 kg de résidus organiques sont générés chaque année par chaque palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) [9]. Ces déchets sont recyclés localement en vannerie artisanale, en construction et comme brise-vent contre la désertification. Ces activités artisanales sont en perpétuelle érosion et les déchets accumulés sont ensuite brûlés à l'air libre, ce qui provoque des problèmes environnementaux visuels et olfactifs.

Aujourd'hui, de grands efforts ont été faits pour utiliser les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) comme matière première pour la production d'éthanol, de biogaz, de biohydrogène et de biodiesel en utilisant différents procédés de bioconversion (fermentation, gazéification, pyrolyse et digestion anaérobie). Les voies biochimiques et thermochimiques des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) des États-Unis ont été étudiées par Martis et al [10], qui ont observé 233 kg d'éthanol et 56 kg d'hydrogène à partir d'une tonne de déchets du palmier dattier. Boulal et al. [5] ont observé un rendement significatif d'éthanol à partir de la fermentation de déchets du palmier dattier (*Phoenix*

dactylifera L.). Chandrasekhar et al. [1] ont étudié la production de méthane de sept déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) algériens et ont obtenu un rendement efficace de méthane de 232,34 ml CH₄/g MS à travers le palmier. Souli et al. [11] ont réalisé la production de méthane à partir de déchets de dattes (graines et pulpe) de six variétés de dattes tunisiennes. Ont rapporté un rendement en méthane de 0,267-0,327 et 0,259- 0,345 Nm³ CH₄/kg DCO pour les graines et la pulpe, respectivement. Djaafri et al. [12] ont obtenu un rendement en méthane de 130 ml CH₄/g MO à partir de à partir de feuilles séchées de déchets du palmier dattier algériens du cultivar H'mira. Jaafar et al. [13] ont obtenu un rendement en biogaz de 0,6 L de biogaz/kg MO par à partir de déchets du palmier dattier.

La digestion anaérobie est l'une des options pour une gestion appropriée des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) pour produire de l'énergie renouvelable. La digestion convertit la matière organique en un biogaz combustible comme produit principal et un biofertilisant comme sous-produit à valeur ajoutée. Par conséquent, la digestion est considérée comme l'un des processus les plus respectueux de l'environnement et les plus économiques pour convertir la biomasse lignocellulosique telle que les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) en énergie renouvelable. La biomasse lignocellulosique, comme les déchets du palmier dattier, est composée de lignine, de cellulose et d'hémicellulose. La lignine est composée d'un réseau interconnecté de composés polymères qui est assez difficile à décomposer lorsqu'il est soumis à une digestion anaérobie [14]. La présence de lignine constitue un obstacle à l'hydrolyse enzymatique de la cellulose au cours du processus de digestion anaérobie [14]. De même, différents facteurs comme la cristallinité et le degré de polymérisation de la cellulose, le degré d'acétylation de l'hémicellulose affectent la vitesse d'hydrolyse de la cellulose et de l'hémicellulose [15]. Il est donc nécessaire d'appliquer un prétraitement avant la digestion anaérobie des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) pour augmenter leur digestibilité et le rendement en biogaz en rendant la cellulose accessible à l'hydrolyse enzymatique. Plusieurs stratégies de prétraitement (biologique, chimique, physique) sont disponibles pour la biomasse lignocellulosique. Le but principal de ces prétraitements est de solubiliser la lignine pour améliorer la biodégradabilité de l'hémicellulose et de la cellulose par hydrolyse enzymatique [16].

Le prétraitement alcalin dissocie principalement les liens complexes entre la lignine et les polysaccharides (hémicellulose et cellulose) et améliore l'efficacité de la solubilisation

de la lignine [17]. Il est couramment utilisé pour améliorer le rendement en méthane de plusieurs biomasses lignocellulosique telle que les déchets du palmier dattier, la paille de blé, la paille de riz. Djaafri et al. [18] ont étudié l'impact du prétraitement au NaOH de 6 à 18% sur l'augmentation du méthane des folioles provenant de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et ont rapporté que le prétraitement au NaOH à 12% a augmenté le rendement en méthane de 133,5% par rapport aux déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) non traités. Al Juhaimi et al. [19] ont obtenu le biogaz le plus élevé de 342,2 L/kg MO en utilisant des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) prétraités avec 0,75% de NaOH. Zhu et al. [20] ont indiqué que la paille de riz prétraitée avec 6 % (p/p) de NaOH améliorerait le rendement en méthane de 37 %.

Le prétraitement à l'acide dilué améliore la déstructuration de la lignocellulose et favorise significativement la solubilisation de l'hémicellulose [21]. Kim et al. [22] ont démontré la décomposition la plus élevée des hémicelluloses (86,2 %) à partir de la paille de riz prétraitée avec 2 % (p/p) de H₂SO₄ à 121 °C. Taherdanak et al. [23] ont observé une solubilisation significative de l'hémicellulose et une amélioration de 16% du rendement en méthane lorsque la paille de riz était prétraitée avec 1% de H₂SO₄.

Au cours du prétraitement hydrothermique, l'eau sous haute pression peut pénétrer dans la biomasse, hydrater la cellulose et éliminer la majeure partie de l'hémicellulose et une partie de la lignine [24]. Ayub et Visvanathan. [25] ont observé une augmentation de la teneur en cellulose soluble à 180 °C en raison des modifications de la structure lignocellulosique de la paille de blé. Kim et al. [22] ont indiqué une amélioration significative du rendement en méthane de 50,4 % à partir du prétraitement de la paille de riz à 120 °C pendant 60 minutes. Fang et al. [26] ont indiqué que le prétraitement hydrothermique à 210 °C pendant 10 minutes du rachis et des folioles de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) a donné le rendement le plus élevé en bioéthanol de 235 et 183,6 kg d'éthanol/t de biomasse sèche, respectivement.

Ce travail vise à évaluer les impacts de différents prétraitements, à savoir l'acide dilué, l'alcalin et le prétraitement hydrothermique, sur le rendement en méthane des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) du cultivar Takarboucht via le processus de digestion anaérobie et à optimiser les conditions de prétraitement hydrothermique pour obtenir une production optimale de méthane en utilisant la méthodologie de surface de réponse. C'est le premier rapport qui étudie l'impact de différents prétraitements sur

l'amélioration du rendement en méthane des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) du cultivar Takarboucht.

Cette thèse est organisée en quatre chapitres

Le chapitre I est consacré à une synthèse bibliographique relative à la digestion anaérobie qui comprend un historique et le principe de la méthanisation, le fonctionnement général des réacteurs anaérobies, nous nous focalisons sur les différents modes de valorisation et les techniques d'épuration du biogaz.

Le chapitre II est consacré à la description de la biomasse lignocellulosique, en insistant plus particulièrement sur sa composition en cellulose, hémicellulose et lignine. Nous rappelons également les différents prétraitements susceptibles d'être mis en œuvre pour favoriser la bioconversion de la biomasse lignocellulosique en méthane.

Le chapitre III est consacré aux matériels et méthodes mis en œuvre dans le cadre du travail expérimental réalisé au laboratoire ainsi que les méthodes analytiques utilisées pour la caractérisation chimique et biochimique de différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.). Nous présentons également une investigation sur le terrain de la variété Takarboucht dans la région d'étude et la comparaison entre l'influence du prétraitement acide, alcalin et thermique sur le rendement en méthane ainsi que l'optimisation du prétraitement thermique par la méthodologie de réponse de surface.

Le chapitre IV est consacré à la discussion des résultats de son investigation sur le terrain de la variété Takarboucht dans la zone d'étude, à la discussion de la composition des différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et à l'interprétation des résultats des expériences sur l'effet du prétraitement acide, alcalin et thermique sur la digestion anaérobie des déchets du palmier dattier. Nous représentons également le résultat des effets des variables du prétraitement hydrothermique et de leurs interactions sur le rendement en méthane par la méthodologie de surface de réponse à travers le plan composite centré.

Enfin, la dernière partie présente une conclusion générale expliquant les objectifs de la thèse et la stratégie développée pour répondre à ces problématiques.

CHAPITRE I

LES PRINCIPES FONDAMENTAUX DU

PROCESSUS DE DIGESTION

ANAEROBIE

I.1 Introduction

La demande énergétique dans le monde augmente ; environ 88 % de cette demande est actuellement satisfaite par les combustibles fossiles, ce qui provoque une augmentation rapide de la concentration des GES dans l'atmosphère. Dans le but de réduire au minimum les effets du réchauffement planétaire et des changements climatiques, l'émission de gaz à effet de serre doit être ramenée à la moitié des émissions mondiales actuelles [27].

La production et l'utilisation d'énergies renouvelables ont commencé à prendre de l'importance dans les secteurs du transport, de l'industrie afin de parvenir à un développement durable. Selon l'Agence internationale de l'énergie (AIE), ce type d'énergie est défini comme l'énergie dérivée par des ressources naturelles telles que la lumière du soleil, le vent, la pluie, les vagues, les marées, la chaleur géothermique et la bioénergie qui se reconstituent naturellement en l'espace de quelques années. En 2015, 8,9 % de la demande énergétique mondiale a été satisfaite par l'utilisation de la bioénergie [28].

L'intérêt pour la technologie du biogaz par digestion anaérobie a progressivement augmenté ces derniers temps en Afrique, en Asie et en Amérique latine, en grande partie en raison des avantages environnementaux qu'elle offre, notamment la production d'énergie propre, la gestion conventionnelle des déchets organiques et un outil pertinent pour l'atténuation du changement climatique.

La production de biogaz s'est développée en Europe et en Amérique du Nord en tant que carburant alternatif pour les transports. Les cinq plus grands producteurs mondiaux de biogaz sont l'Allemagne, la Suède, la Suisse, le Royaume-Uni et les États-Unis [28]. Néanmoins, la plupart du biogaz produit en Europe provient des déchets agricoles. D'autres efforts déployés par des pays comme la Colombie, le Costa Rica, la Chine et l'Inde ont été axés sur l'établissement d'une filière naturelle de biogaz [28].

Le biogaz est le principal produit obtenu par la digestion anaérobie de la matière organique ou biomasse. Il contient principalement deux composants, à savoir le méthane (CH_4) et le dioxyde de carbone (CO_2). Cependant, il existe également d'autres espèces à l'état de traces, qui sont le sulfure d'hydrogène (H_2S), l'hydrogène (H_2), l'azote (N_2), l'ammoniac (NH_3), l'oxygène (O_2) et le monoxyde de carbone (CO). Le processus de digestion anaérobie peut être défini comme une transformation, à l'aide de micro-organismes, de la matière organique en énergie sous forme de biogaz et en matière sous forme d'un digestat qui peut être utilisé comme amendement organique en agriculture en raison de sa richesse en matière minérale fertilisante.

Cette transformation des déchets organiques en biogaz n'est pas simple, il s'agit en fait d'une série des réactions successives qui sont dues à diverses catégories de bactéries. Ces bactéries ont des conditions bien définies et des exigences particulières pour se développer à savoir l'absence d'oxygène, un pH proche de la neutralité, et une gamme de température bien déterminée.

I.2 La digestion anaérobie ou méthanisation

I.2.1 Historique et intérêts de la digestion anaérobie

La méthanisation ou digestion anaérobie, est la dissociation en l'absence d'oxygène de la matière organique. C'est un processus naturel fait par différentes populations de micro-organismes présents dans une multitude d'environnements. Dans la nature, on peut remarquer ce phénomène partout où il y a de la matière organique et une quantité insuffisante d'oxygène, comme dans les marais, les rizières et même dans le système digestif des mammifères et des insectes. Cette décomposition produit le biogaz, un gaz similaire au gaz naturel, formé essentiellement de méthane et de CO₂ [29]. Des écrits historiques ont mis en vue l'utilisation du biogaz pour chauffer l'eau du bain en Assyrie au 10^{ème} siècle avant JC et en Perse au 16^{ème} siècle [30].

Le premier article scientifique mentionnant la méthanisation a été écrit au 17^{ème} siècle par J.B. Van Helmont qui a mis en évidence la production de gaz inflammable par des matières organiques en décomposition [30]. La production de méthane à partir de la matière putrescible est connue depuis des siècles. Vers 1630, Van Lemond découvre que la fermentation de la matière organique dégage un gaz inflammable [29]. La redécouverte de la méthanisation remonte au 18^{ème} siècle, précisément en 1776, lorsqu'Alessandro Volta, un physicien italien, remarque la présence d'un gaz émis par les vases en putréfaction d'un marais (le lac Maggiore au nord de l'Italie). Il a étudié ensuite ce gaz, et a montré qu'il s'agissait d'un gaz combustible et il l'a appelé « gaz des marais » [31]. Un peu plus tard (1787) Antoine Laurent Lavoisier lui donne le nom de "gas hidrogenium carbonatrum" mais le terme de "méthane" fut proposé en 1865 et confirmé en 1892 par un congrès international de nomenclature chimique [32].

La digestion anaérobie de produits agricoles a débuté en 1808, avec les travaux de Davy, mettant en œuvre la fermentation anaérobie de paille et de fumier de canard, en 1859, Le premier digesteur industriel a été construit en Inde [33]. En 1881, un brevet a été déposé à Vesoul par l'entrepreneur Louis Mouras concernant une nouvelle fosse pour l'épuration des eaux de latrines par « fermentation méthanique », une invention qui a été commercialisée

par François Napoléon Marie Moigno, connu sous le nom d'Abbé Moigno, un mathématicien français [31]. En 1884, Gayon, élève de Louis Pasteur, lors d'une expérimentation a obtenu 100 L de méthane par mètre cube de fumier à 35 °C. Pasteur suggéra d'utiliser le gaz produit pour chauffer ou éclairer [33]. En 1898 un autre brevet a été déposé à Exeter en Grande Bretagne par l'ingénieur Donald Cameron concernant une fosse septique pour le traitement des eaux d'égout. Il a aussi construit une installation de méthanisation à Exeter et le biogaz était valorisé pour l'éclairage public [31].

Le concept de petites unités de méthanisation utilisant des sous-produits agricoles fut développé dès la fin des années 1930 par les travaux de Ducellier et Isman, enseignants à l'École Nationale d'Agriculture en Algérie. Leurs recherches ont conduit au dépôt d'un brevet 24 en 1939 aux États-Unis [33], près de 1500 digesteurs de ce type ont été construits en France lors de la seconde guerre mondiale, mais ont été abandonnés à cause des énergies fossiles à bon marché [32]. En 1951, la Société des Ingénieurs spécialisée en agriculture basée en Angleterre a été informée de l'importance de la production du gaz par ce processus pouvant servir au fonctionnement des tracteurs sur une exploitation agricole [33]. En 1973 puis en 1979-1980, deux chocs pétroliers ont affecté l'économie des pays importateurs de pétrole tels que la France. L'organisation des pays exportateurs de pétrole est à l'origine de ces deux crises pétrolières, réclamant un prix du pétrole plus élevé pour rééquilibrer le marché. Une décadence affecta alors les procédés de méthanisation [33].

L'intérêt pour ce procédé a été renouvelé par la nécessité de réduire les émissions de GES, l'augmentation récente du coût de l'énergie, la volonté de produire des énergies renouvelables et la prise de conscience collective du concept de développement durable. Ainsi, la digestion anaérobie apparaît de plus en plus comme une technique essentielle pour améliorer le bilan environnemental et énergétique de la gestion des déchets organiques.

1.2.2 Les processus biochimiques de digestion anaérobie.

Lors du processus de digestion anaérobie, la minéralisation de composés organiques complexes en méthane et en dioxyde de carbone est effectuée sous l'action concertée de microorganismes appartenant à une communauté microbienne complexe [34], par une succession de quatre étapes : l'hydrolyse, l'acidogénèse, l'acétogénèse, et la méthanogénèse, en fonction de la composition principale des déchets organiques biodégradables en carbohydrates, en lipides et en protéines. Les carbohydrates sont facilement et rapidement transformés par l'hydrolyse en sucres simples et ensuite fermentés en acides gras volatils (AGV). Les lipides sont hydrolysés en acides gras à longue chaîne et puis oxydés en acétate

ou propionate. Les protéines sont hydrolysées en acides aminés qui sont ultérieurement dégradées en acides gras volatils à travers l'oxydation anaérobie liée à la production d'hydrogène.

I.2.2.1 L'hydrolyse

Lors de l'hydrolyse, les macromolécules complexes telles que les glucides, les protéines et les lipides sont hydrolysées en composés plus simples [33], généralement par des enzymes hydrolytiques incluent la cellulase, la cellobiase, le xylanase et l'amylase pour la dégradation des polysaccharides en sucres, la protéase pour la dégradation des protéines en acides aminés, et la lipase pour la dégradation des lipides en glycérol et les acides gras à longue chaîne. C'est une phase importante avant le procédé de fermentation, parce que les bactéries fermentatives ne peuvent pas absorber les polymères organiques complexes directement dans leurs cellules [35]. La phase d'hydrolyse est souvent considérée comme étant l'étape limitante pour des substrats complexes tels que la lignine et la cellulose. Le tableau I.1 montre quelques microorganismes impliqués dans la sécrétion d'enzymes pour l'hydrolyse des macromolécules complexes.

Tableau I. 1: Bactéries mésophiles intervenant dans l'hydrolyse [36].

Substrats	Espèces	Produits
Hydrates de carbone	Cellulomonas spp.	Monosaccharides
	Ruminococcus albus	
	Clostridium spp.	
	Butyrivibrio fibrisolvens	
	Bacteroides succinogenes	
	Acetivibrio cellulolyticus	
Protéines	Bacillus spp.	Acides aminés
	Clostridium spp.	
	Staphylococcus spp.	
	Bifidobacterium spp.	
	Peptococcus anaerobius	
Lipides	Anaerovibrio lipolytica	Acides gras à longue chaîne
	Syntrophomonas spp.	
	Bacillus spp.	
	Mycobacterium	

I.2.2.2 L'acédogénèse

Au cours de l'acédogénèse, les monomères produits par l'étape d'hydrolyse sont métabolisés par des microorganismes fermentaires pour produire principalement des acides gras volatils (AGV) (acétate, propionate, butyrate, isobutyrate, valérate et isovalérate), mais

aussi des alcools, du sulfure d'hydrogène (H₂S), du CO₂ et de l'hydrogène [34] comme montrés dans le tableau I.2.

Tableau I. 2: Exemples de la fermentation du glucose [35] .

Produits	Réactions
Acétate	$C_6H_{12}O_6 + 2H_2O \rightarrow 2CH_3COOH + 2CO_2 + 4H_2$
Propionate + Acétate	$3C_6H_{12}O_6 \rightarrow 4CH_3CH_2COOH + 2CH_3COOH + 2CO_2 + 2H_2O$
Butyrate	$C_6H_{12}O_6 \rightarrow CH_3CH_2CH_2COOH + 2CO_2 + 2H_2$
Lactate	$C_6H_{12}O_6 \rightarrow 2CH_3CHOHCOOH$
Ethanol	$C_6H_{12}O_6 \rightarrow 2CH_3CH_2OH + 2CO_2$

La microflore impliquée dans l'étape d'acédogénèse sont des bactéries anaérobies facultatives [37] ,leur taux de croissance est rapide, environ 30 à 40 fois supérieur aux populations méthanogènes et ont la capacité de vivre dans des conditions extrêmes, notamment à des faibles pH [33] et à température élevée.

En cas de surcharge organique, l'acédogénèse peut provoquer l'inhibition totale ou partielle de la digestion anaérobie [38]. En effet, La vitesse de cette étape est très élevée que celles des étapes suivantes où les micro-organismes ont un temps de duplication plus long, elle peut provoquer une accumulation d'intermédiaire en particulier d'hydrogène et l'acide acétique [39]. Cette accumulation provoque une inhibition des microorganismes acétotrophes et méthanogènes inhibant la production de biogaz [33]. Le tableau I.3 donne quelque espèce microbienne qui intervient dans l'acidogénèse.

Tableau I. 3: Bactéries interviennent dans l'acétogénèse [36]

Substrats dégradés	Bactéries responsables	Produits de la dégradation
Monosaccharides	Acetivibrio spp. Clostridium spp. Acetobacterium spp. Cellulomonas	Butyrate, propionate, acetate, H ₂ , CO ₂
Acides aminés	Bacillus spp. Micrococcus aerogenes Clostridium acidurici Micrococcus lactilyticus	Valérate, butyrate, propionate, acetate, H ₂ , CO ₂ , NH ⁺ ₄
Acides gras à longue chaîne (étape acétogénèse)	Syntrophomonas wolfei Syntrophomonas sapovorans Syntrophomonas wolinii Anaerovibro lypolitica Anaerovibro glycerini Propionibacterium spp. Mycobacterium	Acides gras à longue chaîne, propionate, acétate, H ₂ .

I.2.2.3 L'acétogénèse

L'étape d'acétogénèse permet la transformation des produits issus de la phase d'acidogène, en acétate, en hydrogène et en dioxyde de carbone, par l'action des bactéries acétogènes. Cette transformation est réalisée par deux types de bactéries :

Les bactéries productrices obligées d'hydrogène :

Ce sont des bactéries anaérobies strictes, également appelées OHPA « Obligate Hydrogen Producing Acetogens ». Elles sont capables de produire de l'acétate et de l'H₂ à partir des métabolites réduits issus de l'acidogénèse tels que le propionate et le butyrate [35]. Ces bactéries ont un temps de dédoublement assez long, entre 1 et 7,5 jours [34], [39], Tableau I.4.

Tableau I. 4: Temps de génération à 35 °C des bactéries syntrophes connues, isolées de digesteurs, avec différents partenaires [34].

Syntrophe	Source d'énergie et de carbone	Partenaire du syntrophe	Tg (*) syntrophe
Syntrophomonas wolfei	Butyrate	Desulfovibrio sp.	2,2 jours
		M. hungatei	3,7 jours
	Valérate	M. hungatei	3,7 jours
Syntrophomonas sapovorans	Caproate	M. hungatei	7,5 jours
	Butyrate	M. hungatei	1,1 jours
	Oléate	M. hungatei	1,6 jour
Syntrophomonas wolinii	Stéarate	M. hungatei	1,9 jours
	Propionate	Desulfovibrio sp.	3,6 jours
		M. hungatei	7,5 jours

N.B : (*) Tg : Temps de génération minimum ; M. hungatei = Methanospirillum hungatei.

Ces réactions ne deviennent possibles qu'à des pressions partielles d'H₂ très faibles, de l'ordre de 10⁻⁴ à 10⁻⁶ atm (Tableau I.5) [35]. L'accumulation d'hydrogène traduit un dysfonctionnement et conduit inévitablement à l'arrêt de l'acétogénèse [34],[35]. Ceci implique la nécessité d'une élimination constante de l'hydrogène produit. Cette élimination peut être réalisée grâce à l'association syntrophique de ces bactéries avec des microorganismes hydrogénotrophes [34],[35].

Tableau I. 5: Equation et énergie libre des réactions de dégradation anaérobie de l'éthanol, du propionate et du butyrate [35].

Produits	ΔG* (KJ)	PpH ₂ (atm) à partir De laquelle ΔG* < 0
$CH_3CH_2OH + H_2O \rightleftharpoons CH_3COO^- + 2H_2 + H^+$	+9,65	< 10 ⁻¹
$CH_3CH_2COO^- + 2H_2O \rightleftharpoons CH_3COO^- + 3H_2 + CO_2$	+71,67	< 3.10 ⁻⁵
$CH_3(CH_2)_2COO^- + 2H_2O \rightleftharpoons 2CH_3COO^- + 2H_2 + H^+$	+48,10	< 6.10 ⁻⁵

N.B : ΔG* est calculée en modifiant seulement la pression partielle en H₂ par rapport à ΔG°

- **Les bactéries acétogènes non syntrophes**

Le métabolisme de ces bactéries est majoritairement orienté vers la production d'acétate[34]. Elle se développent dans un milieu riche en CO₂ et se divisent en deux groupes selon l'origine de l'acétate: Les homoacétogènes du groupe 1 qui produisent l'acétate par la

réduction du H₂ et CO₂ et les homoacétogènes du groupe 2 qui utilisent les AGV et l'alcool pour produire l'acétate [39].

I.2.2.4 La méthanogénèse

Au cours de cette dernière étape, les produits de l'acétogénèse essentiellement (acétate, formate, dioxyde de carbone et hydrogène) sont transformés en méthane [39]. Deux types de réactions sont impliqués dans cette étape et permettent la production de méthane. Le premier type, la voie hydrogénotrophe, produit du méthane à partir de l'H₂ et du CO₂. La seconde type, la voie acétoclaste, produit du méthane et du CO₂ principalement à partir de l'acide acétique [40]. D'autres voies métaboliques plus marginales existent. Elles impliquent l'utilisation du formate, du méthanol, des méthylamines et des méthylmercaptan [30]. Le tableau I.6 présente l'ensemble des réactions.

Tableau I. 6: Réactions de méthanogénèse et variation d'énergie libre standard [39]

Réactions	ΔG° à pH (KJ. Mole ⁻¹ de CH ₄)
$4H_2 + CO_2 \longrightarrow CH_4 + 2H_2O$	-139.2
$4HCOO^- + 2H^+ \longrightarrow CH_4 + CO_2 + 2HCO_3^-$	-126.8
$HCOO^- + 3H_2 + H^+ \longrightarrow CH_4 + 2H_2O$	-134.3
$4CO + 2H_2O \longrightarrow CH_4 + 3CO_2$	-185.1
$4CH_3OH \longrightarrow 3CH_4 + CO_2 + 2H_2O$	-102.5
$CH_3OH + H_2 \longrightarrow CH_4 + H_2O$	-121.1
$4CH_3NH_2 + 2H_2O + 4H^+ \longrightarrow 3CH_4 + CO_2 + 4NH_4^+$	-101.6
$2(CH_3)_2NH + 2H_2O + 2H^+ \longrightarrow 3CH_4 + CO_2 + 2NH_4^+$	-86.3
$2(CH_3)_3N + 6H_2O + 4H^+ \longrightarrow 9CH_4 + 3CO_2 + 4NH_4^+$	-80.2
$2(CH_3)_3N - N(CH_3)_2 + 2H_2O \longrightarrow 3CH_4 + CO_2 + 2CH_3CH_2NH_2$	-70
$CH_3COO^- + H_2O \longrightarrow CH_4 + HCO_3^-$	-28.2

- **Les méthanogènes hydrogénotrophes**

Les méthanogènes hydrogénotrophes sont: les Methanococcales, les Methanobacteriales, les Methanomicrobiales, elles convertissent l'hydrogène et le dioxyde de carbone en méthane et dioxyde de carbone [33]. Participant également au maintien d'une faible pression en hydrogène pour le développement des bactéries acétogènes [38].

- **Les méthanogènes acétoclastes**

Les méthanogènes acétoclastes utilisent de l'acide acétique, du méthanol et des méthylamines pour produire du méthane [38]. Les deux genres les plus fréquemment rencontrés dans un digesteur sont *Methanosarcina* et *Methanosæta* (ou *Methanofhrix*). Les Archaea du genre *Methanosaeta* utilisent l'acétate comme unique source de carbone pour produire le méthane et les Archaea du genre *Methanosarcina* présentent un plus large spectre de substrats : elles peuvent utiliser en plus de l'acétate, le dioxyde de carbone, l'hydrogène, le méthanol et les méthylamines pour former le méthane [34]. Dans un digesteur 60% à 70% de la production de méthane provient des méthanogènes acétoclastes [38].

I.2.2.5 Les autres réactions

a) La sulfato-réduction

Il existe d'autre type de microorganismes présents dans le milieu au cours de la digestion anaérobie tels que les bactéries sulfato-réductrices, Ces bactéries par leur métabolisme consomment de l'acétate, de l'éthanol, de l'acide propionique ou butyrique en utilisant le sulfate comme source d'énergie [33]. Les bactéries sulfato-réductrices sont en compétition dans le milieu avec les populations méthanogènes pour la production d'hydrogène et l'acétate, et avec les populations acétogènes pour la production de propionate et l'butyrate [41]. Cette compétition ne peut avoir lieu en début de digestion anaérobie, les bactéries sulfato-réductrices étant incapables de dégrader des macromolécules complexe. Ces bactéries interviennent spécifiquement au cours de l'inhibition de la digestion anaérobie lors de l'accumulation de sulfure d'hydrogène dans le milieu [33].

Tableau I. 7: Données thermodynamiques sur la sulfato-réduction [39].

Réaction	$\Delta G^{0'}$ (KJ)
<i>Oxydation de l'acétate</i>	- 47,6
$CH_3COO^- + SO_4^{2-} \rightleftharpoons 2HCO_3^- + HS^-$	
<i>Oxydation de l'éthanol</i>	- 46,5
$CH_3CH_2OH + \frac{1}{2} SO_4^{2-} \rightleftharpoons CH_3COO^- + \frac{1}{2} HS^- + \frac{1}{2} H^+ + H_2O$	
<i>Oxydation du propionate</i>	- 37,7
$CH_3CH_2COOH + \frac{3}{4} SO_4^{2-} \rightleftharpoons CH_3COO^- + \frac{3}{4} HS^- + \frac{1}{4} H^+$	
<i>Oxydation du butyrate</i>	- 27,8
$CH_3CH_2CH_2COOH + \frac{1}{2} SO_4^{2-} \rightleftharpoons 2CH_3COOH + \frac{1}{2} HS^- + \frac{1}{2} H^+$	
<i>Oxydation de l'hydrogène</i>	- 151,9
$4 H_2 + SO_4^{2-} + H^+ \rightleftharpoons HS^- + 4 H_2O$	
<i>Oxydation du thiosulfate</i>	- 22
$S_2O_3^{2-} + H_2O \rightleftharpoons SO_4^{2-} + HS^- + H^+$	
$4 SO_3^{2-} + H^+ \rightleftharpoons 3 SO_4^{2-} + HS^-$	- 151,9

Les valeurs de $\Delta G^{0'}$ (KJ) sont calculées à partir des enthalpies de formation des composés

I.3 Conditions d'opération de la digestion anaérobie

Les différentes réactions enzymatiques de la digestion anaérobie peuvent se réaliser à certaines conditions physico-chimiques. Les principales conditions sont :

I.3.1 La température

Le processus de digestion anaérobie peut être développé sur différentes plages de température.

Dans le régime psychrophiles, le milieu réactionnel est maintenu à des températures inférieure à 20 °C [42]. La digestion anaérobie psychrophile est très peu connue et souvent appliquée en milieu tempéré et dans les régions à haute altitude [43].

Entre 20 et 45°C, on parle de la digestion anaérobie mésophile qui est la plus utilisée de nos jours [43], il assure une stabilité de la digestion anaérobie. Chae et al. [44] a constaté que la meilleure température opérationnelle était de 35 °C tandis qu'une légère fluctuation de température de 35 °C à 30 °C provoquait une réduction du taux de production de biogaz, il a été conclu que la teneur en méthane augmente avec l'augmentation des températures de digestion. Zhu et al. [20] a révélé que le rendement de biogaz le plus élevé de 372,4 L/kgMO

a été obtenu avec du stator de maïs prétraité avec 5% (g/g) de NaOH à la température mésophile (37 °C).

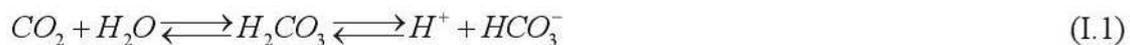
Entre 50°C et 65°C, la digestion est dite thermophile [45]. Le régime thermophile permet d'accélérer la cinétique de l'étape d'hydrolyse, ce qui peut réduire les temps de séjour au sein du digesteur [46]. Pohl et al. [47] a constaté que la constante de vitesse d'hydrolyse est 2 fois plus importante en digestion anaérobie thermophile qu'en mésophile pour de la paille de blé en réacteur UASS (Up flow Anaerobic Solid State). De plus, la vitesse de croissance des microorganismes sont 27-60% plus élevées pour le processus thermophile que pour les processus mésophiles [48]. Il assure aussi une meilleure cinétique de dégradation du substrat et de production de biogaz [43]. El-mashad et al. [49] a étudié l'influence de la température de 50 et 60 °C à des temps de rétention hydraulique de 20 et 10 jours sur la digestion anaérobie du fumier de bovins et a constaté qu'une un meilleur taux de production de méthane était à 50 °C. Hartmann and Ahring [50] ont constaté que les procédés thermophiles de traitement de la fraction organique des déchets solides en digestion anaérobie sont plus efficaces que les procédés mésophiles en termes d'augmentation de la production de biogaz. La digestion thermophile est un procédé plus réalisable pour obtenir de meilleures performances. Shu-guang et al. [51] réalisé la digestion anaérobie par voie sèche de déchets solides organiques sous des conditions mésophiles et thermophiles pendant 6 semaines et a constaté que les conditions thermophiles présentent une meilleure performance contre les déséquilibres, en particulier pendant la période de démarrage dans un processus de digestion anaérobie par voie sèche. Cependant, les conditions thermophiles caractérisées par un temps de rétention plus court par rapport aux conditions mésophiles. L'élimination environ 50% de la masse initiale des boues par la digestion anaérobie mésophile prend de 30 à 40 jours contrairement à la digestion thermophile pour les mêmes résultats prend 11 à 14 jours [52]. Cependant la digestion anaérobie thermophile est réputée moins stable [43] à cause de l'accumulation d'acide gras volatil qui peut inhiber la méthanogenèse [53].

I.3.2 Le pH

La communauté microbienne dans les digesteurs anaérobies est sensible aux changements de pH. En particulier les organismes méthanogènes [39]. Le pH optimal de l'hydrolyse et de l'acidogénèse se situe entre 5,5 et 6,5 [42]. Par contre, pour les acétogènes, la plage optimale se situe entre 8 et 11 avec une production maximale d'acétate à pH 8 [38]. La dernière étape (la méthanogenèse) trouve son optimum autour de la neutralité [38].

Plusieurs intervalles de pH figurent dans la littérature qui est à proximité les unes des autres, Ward et al. [54] a signalé que le pH optimal de la méthanogenèse est d'environ pH 7,0 alors que Kondusamy and Kalamdhad [55] ont montré que les méthanogènes fonctionnent efficacement entre 6,5 et 8,2 avec un pH optimal de 7,0. Liu et al. [56] a été trouvé que la plage optimale de pH pour obtenir un rendement maximal de biogaz dans la digestion anaérobie est de 6,5 à 7,5. Cependant [43] montre que les méthanogènes ont une activité optimale dans une gamme de pH comprise entre 6 et 8. La chute du pH en dessous de 5,0 est mortelle pour ces organismes et même des valeurs proches de 6,0 causent souvent un arrêt du procédé. C'est une raison importante pour laquelle certains concepteurs préfèrent la séparation des processus d'hydrolyse / acidification et d'acétogénèse / méthanogenèse dans les procédés en deux étapes [54] .

Le pH varie en fonction de la composition en métabolites et en gaz dissous dans le milieu réactionnel. L'équilibre entre le CO₂ dissous et les ions HCO₃⁻ correspond à l'alcalinité d'un milieu et apporte de la résistance au milieu contre des variations rapides du pH. Ainsi une accumulation de CO₂ dans le ciel gazeux, en lien avec l'équilibre calco-carbonique, résulte en une augmentation du CO₂ dissous sous la forme HCO₃⁻ et entraîne une baisse de pH [57] (équation I.1)



I.3.3 Rapport C/N

Le rapport carbone/azote (C/N) est l'un des facteurs importants. Le carbone constitue la source d'énergie pour les micro-organismes, l'azote sert à augmenter la croissance microbienne. Si la quantité d'azote est trop faible, la croissance des microorganismes sera ralentie, la dégradation de la matière organique sera freinée et le rendement en méthane amoindri [38]. Dans le cas contraire, une augmentation de l'apport en azote peut mener à une production accrue d'ammoniac conduirait à des valeurs de pH supérieures à 8,5, ce qui peut nuire aux microorganismes et inactiver la méthanisation [29]. La plupart des publications recommandent un rapport C/N de fonctionnement de 20/1 à 30/1 [58]–[60] avec un rapport optimal de 25/1 pour la croissance bactérienne anaérobie dans le système de la digestion anaérobie [61].

Pour ajuster le rapport C/N initial de plusieurs matières premières, la co-digestion a été présentée comme des options alternatives [60] . Zhang et al.[62] a constaté que l'ajout de fraction organique des déchets solides municipaux aux biosolides provoquer une

amélioration du rapport (C/N) de 8,10 à 20,55. Sosnowski, Wieczorek, and Ledakowicz [63] ont réalisé la co-digestion anaérobie des boues d'épuration (boues primaires et épaissement des boues activées en excès 1:1) et la fraction organique des déchets solides municipaux, il ont conclu que l'ajout de fraction organique des déchets solides municipaux aux boues d'épuration améliorerait le rapport C/N de 9:1 à 14: 1 et entraîne une augmentation du biogaz produit. D'autre par l'ajustement de rapport C/N s'effectue par l'ajout des produits chimique. Pang et al. [61] a utilisé du chlorure d'ammonium (NH_4Cl) pour ajuster le rapport (C/N) à 25.

I.3.4 L'inoculation

Le terme inoculum définit un liquide qui est chargé en nutriments en eau et en microorganismes. L'inoculation d'un réacteur de méthanisation permet d'introduire l'ensemble des microorganismes responsables de la digestion anaérobie dans le substrat, et en particulier les microorganismes méthanogènes actifs [33]. La présence de ces dernières permet d'éviter une inhibition due à une acidogénèse trop importante et une accumulation d'AGV [38]. L'inoculation est généralement caractérisée par le rapport inoculum (I)/ substrat S (I/S). La source d'inoculum est l'un des paramètres opérationnels les plus importants pour la digestion anaérobie, qui est généralement considérée comme l'étape la plus critique dans le fonctionnement des digesteurs anaérobies [64]. Elle se fait le plus souvent par l'ajout d'un digestat (liquide ou solide) au substrat brut à dégrader [38] par exemple, Romero and Pe [65] ont constaté que les boues mésophiles digérées constituaient une source d'inoculum appropriée. Fuqing Xu et al. [66] ont été comparer l'efficacité de l'utilisation d'effluents liquides de digestion anaérobie (boues d'épuration, déchets alimentaires ou déchets laitiers) en tant qu'inoculum pour la digestion anaérobie de type discontinue de la canne de maïs, le résultat a montré que le réacteur inoculé par les effluents de déchets laitiers a atteint le plus haut rendement de méthane. Li et al. [64] a été recommandé d'utiliser le fumier de porc comme source d'inoculum pour une production de biogaz efficace et stable à partir de la canne de maïs traitée au NaOH.

Cependant, les quantités d'inoculum ajoutées dépendent du substrat valorisé. Alors que les fumiers de bovins ne nécessitent que 10% en volume d'inoculum solide par ailleurs la valorisation des cultures énergétiques demande plus de 70% en volume d'inoculum [38].

I.3.5 Le taux d'humidité

L'eau est l'un des éléments essentiels au bon fonctionnement de la digestion anaérobie [38]. Tout d'abord, l'eau est essentielle pour la survie de tout organisme vivant et constitue le milieu de développement des microorganismes. Elle représente ainsi 80 % de leur masse cellulaire. De plus, elle transporte des nutriments, des intermédiaires, des produits, des enzymes et des micro-organismes et réagit à l'hydrolyse de matières organiques complexes [67].

La relation liant la production de méthane et la teneur en eau est l'activité spécifique des méthanogènes, qui a été démontrée comme étant linéaire avec la teneur en eau. Une diminution de 100 à 53 % de la production de méthane a été constatée pour des teneurs en eau de 96 % à 90 % [33]. Alemayehu [68] a été signalé que les taux de production de méthane les plus élevés se situent entre 60 et 80 % d'humidité. Alnakeeb, Najim, and Ahmed [69] ont comparé l'effet de la teneur en humidité sur la production de biogaz à partir des déchets de tomate, les résultats obtenus montrent que la production de biogaz augmentait quand teneur en humidité augmentait.

I.4 Les principaux inhibiteurs de la digestion anaérobie

L'accumulation de certains composés chimiques organiques et inorganiques tels que les acides gras à longue chaîne, les acides gras volatils, l'ammoniac (NH_3), le sulfure d'hydrogène (H_2S) peut entraîner une inhibition des fonctions physiologiques des microorganismes et de façon globale, par une diminution de la capacité de dégradation du procédé [36].

I.4.1 Acides gras volatils

La présence des AGV sous forme acide acétique, acide propionique, acide butyrique et acide valérique à des concentrations élevées entraîneront une diminution du pH [42] et présente un effet inhibiteur sur l'ensemble des étapes de la digestion anaérobie [57]. Siegert and Banks [70] ont conclu que l'accumulation des AGV peut contribuer à réduire le taux d'hydrolyse du substrat organique. la présence d'acide propionique à des concentrations supérieures à 1 g.L^{-1} , inhibé la digestion anaérobie [38] et en particulier l'étape d'hydrolyse [42]. L'accumulation des AGV possède aussi un effet sur la méthanogenèse [57] due principalement à la présence des acides propioniques et butyriques [54].

La toxicité des AGV est dépendante à leur concentration sous la forme indissociée. Ils peuvent s'écouler librement à travers la membrane cellulaire où ils se dissocient et provoquent ainsi une réduction du pH et une perturbation de l'homéostasie [71].

I.4.2 L'ammoniac

L'ammoniac est produit lors de la dégradation des matières azotées, principalement des protéines [71]. L'ion ammonium (NH_4^+) et l'ammoniac libre (NH_3) sont les deux principales formes d'azote ammoniacal inorganique [72]. Le caractère inhibiteur de l'ammoniac est attribué à l'ammoniac libre (NH_3) plutôt qu'à l'ion ammonium (NH_4^+) en raison du fait qu'elle peut traverser la membrane cellulaire et pénétrer dans la cellule, ce qui cause un déséquilibre des protons et une carence en potassium [71] à des concentrations supérieures aux seuils [72]. Les seuils d'inhibition de l'ammoniac (NH_3), reportés en voie humide, sont de 1 à 2 g.L^{-1} pour des pH proches de la neutralité, contre 4 g.L^{-1} en voie sèche [32].

I.4.3 Le sulfure d'hydrogène

L' H_2S est produit par les bactéries sulfato-réductrices à partir de sulfates (SO_4^{2-}) présents initialement dans les déchets [73] par les réactions I.2 et I.3



L'inhibition induite par le sulfure d'hydrogène peut prendre deux formes soit par compétition pour les composés organiques et inorganiques du milieu avec les différents groupes microbiens au détriment de la production de méthane soit par induction d'une toxicité sur les microorganismes [33]. L' H_2S est la forme la plus fortement inhibitrice de la digestion anaérobie [32] parce qu'il diffuse dans le cytoplasme par les membranes cellulaires et peut former des liaisons disulfure croisées entre les chaînes polypeptidiques et dénaturer les protéines [74]. Dans la littérature, les concentrations tolérables en H_2S ne doivent pas dépasser 250 mg.L^{-1} (pH 6,4-7,2) ou 90 mg.L^{-1} (pH 7,8-8,0) [73].

I.5 Produit de la digestion anaérobie

Une fois la méthanisation complétée, deux coproduits sont obtenus : le biogaz et le digestat

I.5.1 Biogaz

I.5.1.1 composition du biogaz

La composition du biogaz varie selon les matières digérées et le temps de traitement. Habituellement, la concentration de méthane se situe entre 50 et 80 %, 60 % étant la valeur la plus fréquemment rapportée par les usines. En plus du méthane, l'autre gaz principal formé est le CO₂. Les gaz présents en faibles concentrations sont le H₂S, le NH₃ en plus de la vapeur d'eau jusqu'à son point de saturation. Ces derniers gaz doivent être traités selon l'utilisation prévue pour le biogaz afin de ne pas endommager les équipements. Le tableau I.8 indique la composition moyenne du biogaz [29].

Tableau I. 8: Composition moyenne du biogaz [29].

Gaz	CH ₄	CO ₂	H ₂ S	NH ₃	H ₂ O
Concentration	55-80 %	20-45 %	0-1,5 %	0-0,5 %	saturé

I.5.1.2 Utilisation de biogaz

Le méthane est un gaz incolore dont le pouvoir calorifique est de 35 000 kJ/m³. Le dioxyde de carbone n'a pas de pouvoir calorifique car il est incombustible. Par conséquent, le pouvoir calorifique du biogaz contenant 65 % de méthane est d'environ 23 000 kJ/m³. Le gaz naturel, en revanche, a un pouvoir calorifique beaucoup plus élevé en raison de sa faible teneur en dioxyde de carbone. Il contient également d'autres hydrocarbures que le méthane. Ainsi, en réduisant la proportion de dioxyde de carbone dans le biogaz, la valeur calorifique du biogaz peut devenir comparable à celle du gaz naturel, et les deux gaz peuvent être utilisés pour des applications similaires [75]. Différentes voies de valorisation sont envisageables [76]:

a) La valorisation thermique

Brûler du biogaz dans une chaudière ou un four est la voie de valorisation la plus ancienne, la mieux maîtrisée et la plus courante. Cette application est possible même avec un biogaz dont la teneur en méthane n'excède pas les 20%. Elle ne requiert donc que de légères contraintes d'épuration du biogaz. En conséquence, il n'y a pas besoin d'énormes investissements et le procédé peut vite être rentabilisé. La chaleur produite peut servir à la génération d'eau chaude, de vapeur ou au chauffage des fours.

b) Cogénération

Le principal mode de valorisation du biogaz est sa transformation en électricité et en chaleur dans un moteur de cogénération ou une turbine de micro-cogénération à faible puissance, et dans une turbine à combustion ou à vapeur à forte puissance. Le rendement électrique de ces dernières varie entre 25% et 40% en fonction de la puissance. L'électricité produite est le plus souvent injectée directement dans le réseau de distribution. La chaleur produite permet de chauffer les équipements de la digestion et du traitement de digestat.

c) Injection dans le réseau de gaz naturel

L'injection dans le réseau de gaz naturel du biogaz après épuration constitue un mode alternatif de valorisation au cas où la localisation de la production et la purification de biogaz sont proches du réseau. Ceci constitue un moyen d'utilisation maximale du biogaz. Plusieurs pays comme l'Allemagne, la Suède, la Suisse, ont défini le standard de la qualité de biogaz pour l'injection. La composition et la pression d'injection dépendent des spécifications imposées par le réseau. Le coût de la purification et la connexion au réseau constituent les principaux obstacles pour la valorisation du biogaz par injection dans le réseau.

d) Carburant de véhicule

Pour cette application, les spécifications de pureté du gaz sont beaucoup plus sévères que pour les précédentes, puisque le biométhane utilisable comme carburant doit contenir au moins 96% de méthane. L'utilisation de biogaz comme le carburant automobile sous la forme comprimée est assez répandue en Suède. La Suisse la suit dans ce domaine et d'autres pays tels que l'Allemagne, l'Autriche, la France, l'Espagne, l'Inde, la Chine et les États-Unis sont aussi en train de développer ce type de valorisation. Néanmoins, le développement de biogaz en tant que carburant automobile est encore entravé par plusieurs facteurs : le marché commercial insuffisamment développé, la purification nécessaire à l'exigence stricte pour son utilisation dans un véhicule, le nombre limité de stations d'approvisionnement et le prix élevé des voitures à moteur biocarburant.

I.5.1.3 Traitement du biogaz

Le tableau I.8 montre que le biogaz peut contenir des traces d'autres gaz tels que, le sulfure d'hydrogène et l'ammoniac. Le traitement du biogaz implique souvent l'élimination de l'humidité et du sulfure d'hydrogène. Le traitement visant à réduire le dioxyde de carbone correspond à la valorisation du biogaz.

a) Réduction de l'humidité

L'élimination de l'humidité se produit naturellement dans le système de canalisation de collecte du biogaz par la condensation causée par les effets de refroidissement de la température réduite. Une conception adéquate de la canalisation peut prévoir des pièges à sédiments pour capturer les matières liquides par la condensation. Ces pièges sont normalement situés aux niveaux inférieurs de l'installation du digesteur, et sont vidés périodiquement [75].

b) Elimination de dioxyde de carbone

La valorisation du biogaz devient nécessaire lorsqu'une teneur en méthane allant jusqu'à 99% est requise afin d'augmenter son pouvoir calorifique pour une meilleure efficacité des moteurs de cogénération, pour une utilisation comme carburant de transport ou pour une injection directe dans le réseau de distribution de gaz municipal, etc. La valorisation du biogaz est réalisée en réduisant sa teneur en dioxyde de carbone. Cette réduction du dioxyde de carbone peut être réalisée à l'aide des techniques suivantes [75]:

Le lavage humide à l'eau est la méthode la plus simple pour réduire le dioxyde de carbone contenu dans le biogaz. Cette méthode nécessite de grandes quantités d'eau, qui doivent être renouvelées en cas de saturation. D'autres réactifs possibles sont NaOH et Ca(OH)₂, et les réactions sont indiquées dans les équations I.4-I.6.

➤ Avec de l'hydroxyde de sodium



➤ Avec de la chaux



c) Elimination du sulfure d'hydrogène

La concentration de sulfure d'hydrogène dans le biogaz dépend de la composition des eaux usées ou des matières premières d'origine. Une concentration supérieure à 1 % peut provoquer une corrosion importante des métaux susceptible d'endommager les moteurs et les canalisations. Certaines des techniques permettant de la réduire sont détaillées dans la section suivante [75] :

➤ **Elimination du H₂S à l'intérieur du digesteur**

Avec de l'oxygène (air ou injection d'oxygène pur)

Cette opération est réalisée en injectant un volume d'air de 2 à 4 % dans l'espace de tête, et la réaction chimique qui se produit est indiquée dans l'équation I.7. Un excès d'air peut entraîner la production d'acide sulfurique (équation I.8), ce qui doit être évité. Le mélange de l'air et du biogaz doit être effectué avec précaution pour éviter toute l'explosion.

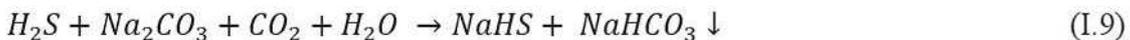


➤ **Elimination du H₂S par absorption (ou épuration par voie humide)**

Le H₂S est éliminé par dissolution dans des solvants tels que l'eau, des solutions chimiques contenant des agents oxydants ou réducteurs, et des solutions alcalines ou acides. Des exemples sont présentés dans les équations I.9-I.12.

Avec de l'hydroxyde de sodium

La réaction chimique est la même que dans l'équation I.4. Le Na₂CO₃ formé peut être utilisé pour éliminer le sulfure d'hydrogène (équation I.9) si des temps de rétention plus longs sont prévus.

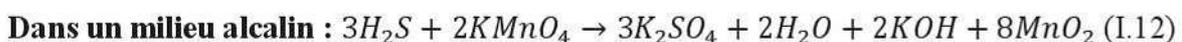
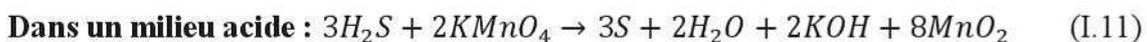


Avec le peroxyde d'hydrogène

L'excès de H₂O₂ se décompose pour donner de l'eau et de l'oxygène, ce qui augmente la teneur en oxygène dissous de l'eau, comme le montre l'équation I.10.



Avec du permanganate de potassium



Avec du chlore



➤ **Élimination du H₂S par adsorption (lavage à sec)**

L'adsorption s'effectue en faisant passer le flux de biogaz à travers un adsorbant où le sulfure d'hydrogène est éliminé par fixation sur sa surface. Par exemple, en utilisant de l'oxyde ferrique mélangé à des copeaux de bois, une réaction d'adsorption est présentée dans l'équation I.14.



I.5.2 Digestat

Un digestat de méthanisation est un produit riche en azote dont une faible proportion est organique tandis que le reste est minéral, principalement sous forme ammoniacale N-NH₄, provenant de la minéralisation de l'azote organique des déchets au cours de la méthanisation avec des teneurs qui peuvent varier de 16 à 76 g/kg de matière sèche selon la nature des intrants. Ceci signifie que le digestat de méthanisation peut permettre une forte disponibilité de N minéral pour les plantes, rapidement après leur apport, suggérant qu'ils peuvent être apportés au sol en tant que fertilisants [77].

I.6 Type de digesteur anaérobie

I.6.1 Procédés discontinus

Les digesteurs discontinus dits aussi « batch », sont caractérisés par une opération de chargement du substrat, souvent accompagné d'un inoculum et, dans certains cas, d'un additif chimique (généralement alcalin) pour maintenir le pH proche de la neutralité. Le digesteur, une fois rempli, est fermé jusqu'à la fin de la fermentation. Le processus est généralement réalisé sur une période allant de 30 à 180 jours pendant laquelle la production journalière de biogaz augmente graduellement, jusqu'à un maximum, puis diminue. Ce procédé supporte des concentrations de matière sèche (MS) comprises entre 150 et 300 kg/m³ de digesteur ; le rendement volumique maximal est d'environ 1 m³_{biogaz}.m⁻³_{digesteur}.jour⁻¹ [78]. Il reste toutefois le plus simple, donc le moins cher, les coûts d'investissements sont souvent inférieurs d'environ 40% par rapport aux procédés continus [79].

I.6.2 Procédés continu

Contrairement aux procédés discontinus, les procédés continus reposent sur une volonté d'automatisation des installations et d'optimisation des performances. Ils sont caractérisés par une production régulière de biogaz au cours du temps. Ce mode de fonctionnement est donc particulièrement adapté aux grosses unités et a été historiquement

développé pour le traitement des ordures ménagères. De par leur fonctionnement et leur développement. Les cycles d'alimentation/soutirage se produisent à intervalle régulier (une ou plusieurs fois par jours) et le nombre et la fréquence d'alimentation détermine le temps de séjour au sien du digesteur.

D'un point de vue technologique, les procédés continus sont dominés par trois procédés industriels : Kompogas®, Dranco® et Valorga® (Figure I.1). Le procédé Kompogas® est un réacteur horizontal principalement [79]. La digestion anaérobie dans ce système s'effectue en mode thermophile. Les déchets pouvant être méthanisés par ce genre de système ont une teneur en MS à environ 23 % et sont des ordures ménagères, des déchets verts et organiques ainsi que des déchets des industries agroalimentaires. Le temps de séjour est de 15 à 20 jours. Ces installations possèdent un rendement compris entre 0,39 et 0,58 Nm³CH₄/kg MO consommée [33]. Le procédé Dranco® est un réacteur cylindrique orienté verticalement. Ce procédé utilise la gravité et une forte recirculation des digestats. L'alimentation est réalisée par le haut du digesteur. Ce réacteur est souvent conduit en conditions thermophiles [79]. Ce procédé traite des déchets organiques de déchets ménagers, les résidus de cultures, et les sous-produits des agro-industries ayant des teneurs en matière sèche compris entre 20 et 50 %. Le rendement observé sur ces installations est compris entre 0,21 et 0,30 Nm³CH₄/kg MO consommée [33]. Le procédé Valorga® est un procédé ayant la particularité d'une mise en circulation du milieu par injection de biogaz dans l'enceinte cylindrique du digesteur et autour d'une paroi fixe. L'action combinée de l'alimentation et de la réinjection de biogaz induit une agitation verticale et une circulation horizontale du milieu réactionnel [79]. Les déchets peuvent être traités en mode mésophile ou thermophile par ce procédé et ont une teneur en matière sèche d'environ 30 % (ce sont des biodéchets, la fraction organique des déchets ménagers, des boues de stations d'épuration, des graisses, des huiles et des déchets d'industrie agroalimentaire). La production de biogaz sur ce site est de 140 à 160 Nm³.t⁻¹ entrantes dans le digesteur. Le rendement spécifique de ce site est de 220 à 250 Nm³ biogaz/ t MS entrant [33].

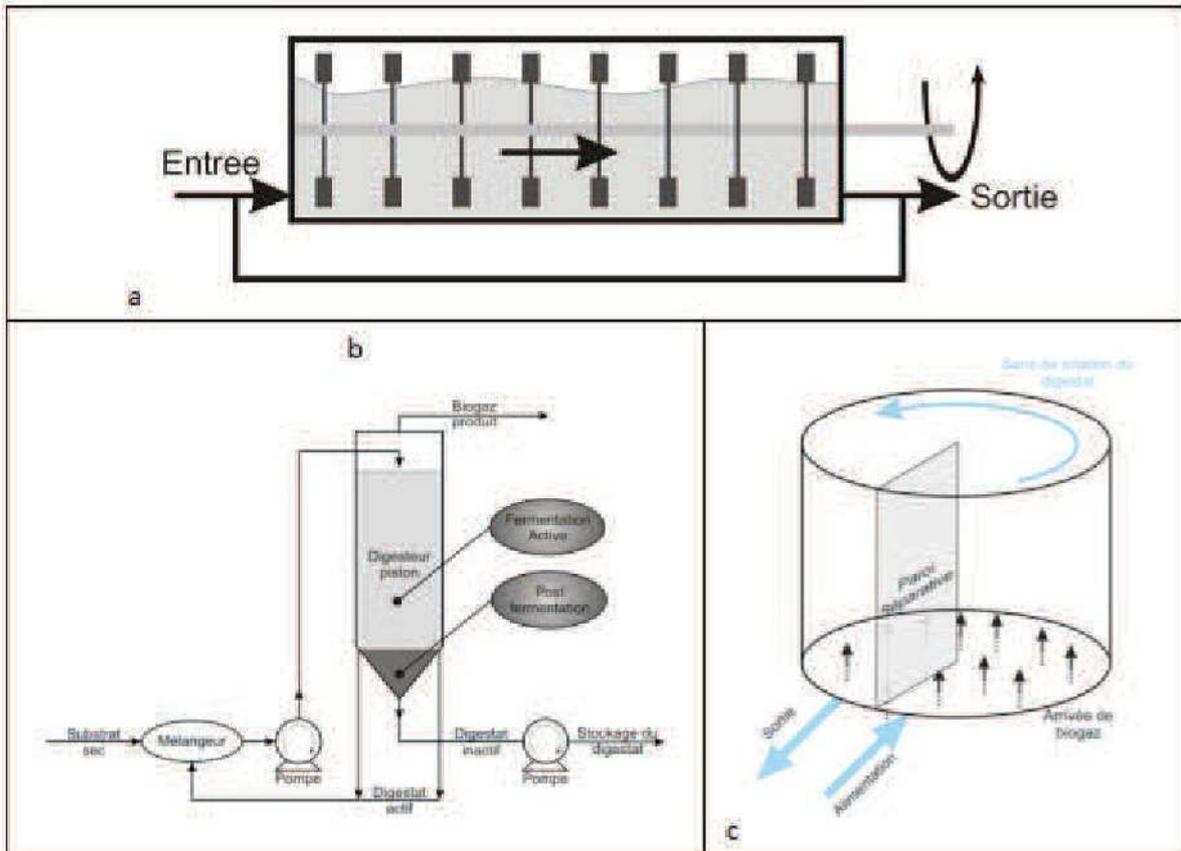


Figure I. 1: Trois principales technologies de digesteurs continus (a Digesteurs Kompogas®, b Technologie Dranco®, c Technologie Valorga®) [79].

CHAPITRE II
LA BIOMASSE LIGNOCELLULOSIQUE

II.1 Introduction

Les résidus lignocellulosique regroupent principalement les déchets du palmier dattier, les panicules de céréale (riz, maïs, blé, etc.) d'origine agricole, de même que la bagasse de canne à sucre d'origine agro-industrielle... etc. Ces résidus contribuent largement au fourrage et à l'alimentation des ruminants et assurent également une part importante de la couverture énergétique par leur conversion en bioénergie renouvelable par différentes méthodes de conversion biochimique telle que la digestion anaérobie ou thermochimique telle que la combustion, la torréfaction, la pyrolyse, la liquéfaction et la gazéification. Ils sont caractérisés par une structure complexe, composée principalement de trois fractions polymériques : la cellulose (40-50%), l'hémicelluloses (25-30%) et la lignine (15-20%) [80]. Les proportions des composants varient en fonction de leurs sources. La structure de la paroi cellulaire constituée de cellulose disposée en faisceau et en structure cristalline, ce qui donne un squelette stable et rigide à la paroi cellulaire. La cellulose est constituée de molécules de glucose, elle ne se dissout pas dans l'eau sans la présence d'un catalyseur spécifique et à température élevée [81]. L'hémicellulose est un mélange composé de différents polysaccharides, y compris ceux à chaîne ramifiée, reliant différents nombres de méthyle et d'acétyle. Les polysaccharides de l'hémicellulose ont généralement la capacité de se dégrader facilement en monosaccharides, tels que l'arabinose, la xylose, le galactose, mannose ou l'arabinose. Ceci est dû au faible degré de polymérisation et à l'absence de la structure cristalline du polysaccharide qui entraîne une dégradation facile [80]. La lignine est un polymère aromatique et hydrophobe composé d'unités phénylpropanoïdes apparaissant en modèles tridimensionnels complexes. La lignine est attachée à la cellulose et à l'hémicellulose et joue un rôle important dans la rigidité et la structure de la paroi cellulaire. Plus la teneur en lignine augmente, plus la résistance de la biomasse à la dégradation augmente également [4]. Afin d'optimiser le rendement en méthane, il est nécessaire d'appliquer un prétraitement permettant de modifier la structure et la composition chimique de la lignocellulose pendant la décomposition afin de faciliter sa dégradation par les microorganismes.

II.2 Biomasse lignocellulosique (Types et composition)

La biomasse lignocellulosique constitue la plus grande source de matière organique renouvelable sur terre. Ce type de biomasse comprend, entre autres, les résidus agricoles/agro-industriels (bagasse de canne à sucre, canne de maïs, paille de riz, paille de blé, marc de café, etc.), les cultures énergétiques dédiées (miscanthus, fléole des prés, panic raide, etc.), les matières ligneuses (résidus forestiers tels que branches, écorces, souches et bois de tige, ainsi que les déchets de bois provenant des usines de sciage et de papier, le bois de construction/démolition, les emballages en bois) et les déchets municipaux.

Les matières lignocellulosiques sont composées de trois polymères majeurs : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, ainsi que d'autres composants mineurs, notamment des protéines, les matières extractibles et les minéraux inorganiques. La cellulose et l'hémicellulose sont des carbohydrates qui peuvent être hydrolysés en sucres fermentescibles qui peuvent être convertis en carburants et en produits chimiques. La lignine, un polymère aromatique, forme un écran protecteur qui protège la cellulose et l'hémicellulose de la dégradation par les enzymes et les microbes. La lignine est également liée entre la cellulose et l'hémicellulose pour former une structure solide de la paroi cellulaire [82].

La cellulose, le principal composant de la biomasse lignocellulosique, est un homopolymère linéaire d'unités de glucose ($C_6H_{12}O_6$) liées entre elles par des liaisons $\beta(1,4)$ -glycosidiques (Figure II.1). Typiquement, chaque molécule de cellulose comprend entre 5000 et 10 000 unités de glucose (degré de polymérisation) [83]. Les liaisons hydrogène intramoléculaires (dans la même chaîne) et intermoléculaires (dans les chaînes adjacentes) (figure II.2) dans la structure de la cellulose conduisent à la formation de microfibrilles rigides qui se rassemblent pour constituer des fibrilles et former ensuite des fibres de cellulose [84]. En outre, les liaisons hydrogène inter-chaînes introduisent également un ordre (cristallin) ou un désordre (amorphe) dans la structure de la cellulose, ce qui conduit à des formes cristallines et amorphes de cellulose. La cristallinité de la cellulose est généralement caractérisée par l'indice de cristallinité. Il est considéré que l'augmentation de l'indice de cristallinité entraîne une diminution de l'hydrolyse chimique et biologique de la cellulose [82].

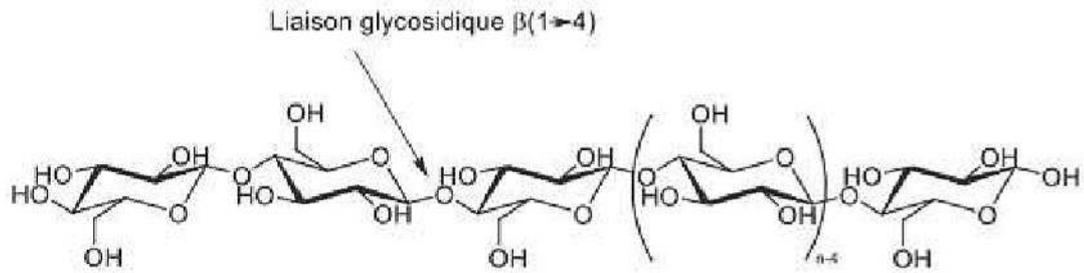


Figure II. 1: Structure de la cellulose [85].

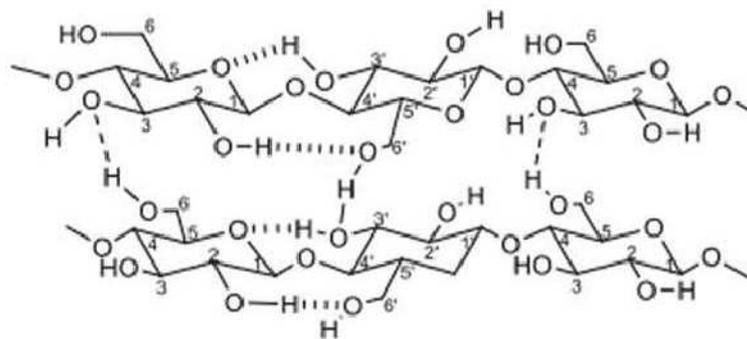


Figure II. 2: Liaisons hydrogène intermoléculaires et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose [85].

L'hémicellulose est le deuxième carbohydrate polymère le plus abondant sur terre après la cellulose. Les hémicelluloses sont des polysaccharides formés par l'enchaînement d'oses monomères de types variés reliés par des liaisons glycosidiques et en général sont ramifiées. Les principaux sucres constituant les hémicelluloses sont des hexoses (glucose, mannose, galactose), des pentoses (arabinose, xylose), des dérivés méthyles (rhamnose, fucose) et des acides uroniques (acide glucuronique) (Figure II.3) [86]. Les hémicelluloses sont des polysaccharides amorphes solubles en milieux acides dilués et alcalins [87].

Les hémicelluloses varient considérablement entre les bois tendres et les bois durs. Les hémicelluloses de feuillus sont généralement plus riches en pentoses, tandis que les hémicelluloses des bois durs et plantes sont majoritairement constituées de xyloses [37].

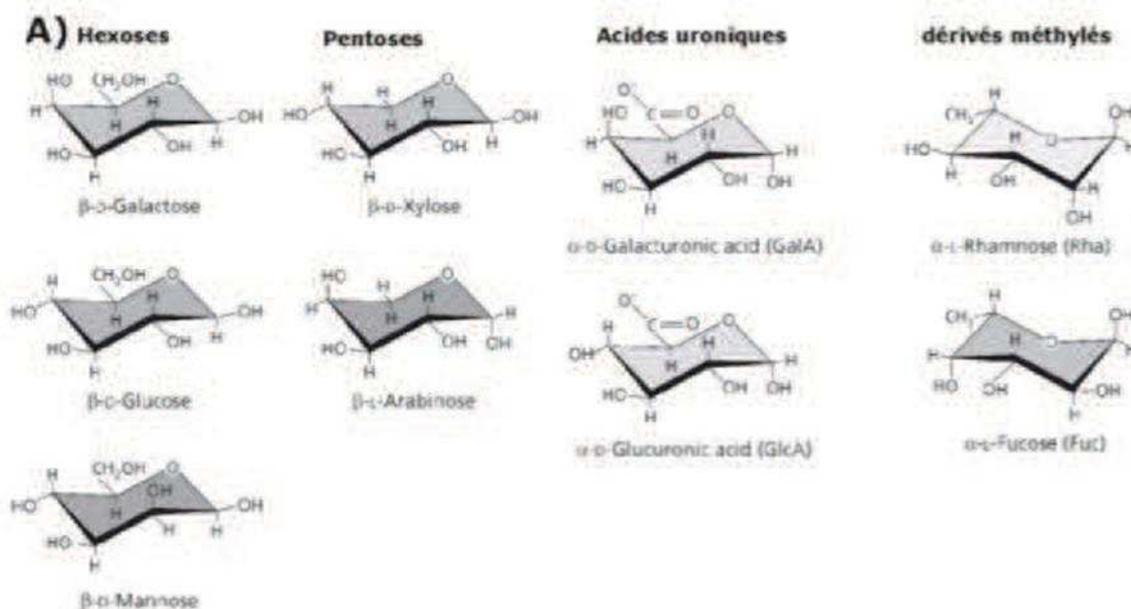


Figure II. 3: Les principaux sucres des parois cellulaires végétales [87]

Les hémicelluloses diffèrent de la cellulose par trois aspects importants. Premièrement, elles contiennent différentes unités de sucres, deuxièmement elles présentent un degré considérable de branchement des chaînes, tandis que la cellulose est un polymère strictement linéaire. Troisièmement, le degré de polymérisation de la cellulose est dix à cent fois plus élevé que celui des hémicelluloses [87].

En revanche, la structure réticulée de la lignine est plus complexe que celle de la cellulose et de l'hémicellulose. La lignine est composée de monomères phénylopropane comme les alcools p-coumaryl, coniferyl et sinapyl formant des unités p-hydroxyphényl (H), guaiacyl (G) et syringyl (S) respectivement [88]. Le rapport entre les unités G : H : S dépend de la source de la biomasse. Par exemple, la lignine des feuilles est caractérisée par une plus grande quantité d'unités G et une petite quantité d'unités H. En revanche, la lignine des bois durs est composée d'unités S et G et est presque dépourvue d'unités H [89]. La lignine est responsable de la rigidité de la paroi cellulaire de la plante.

II.2.1 Structure des biomasses lignocellulosique

La cellulose s'organise sous forme de microfibrilles constituées de plusieurs dizaines de chaînes linéaires. Les microfibrilles sont composées majoritairement de cellulose cristalline (2/3) et se structurent sous la forme de macrofibrilles (Figure II.4).

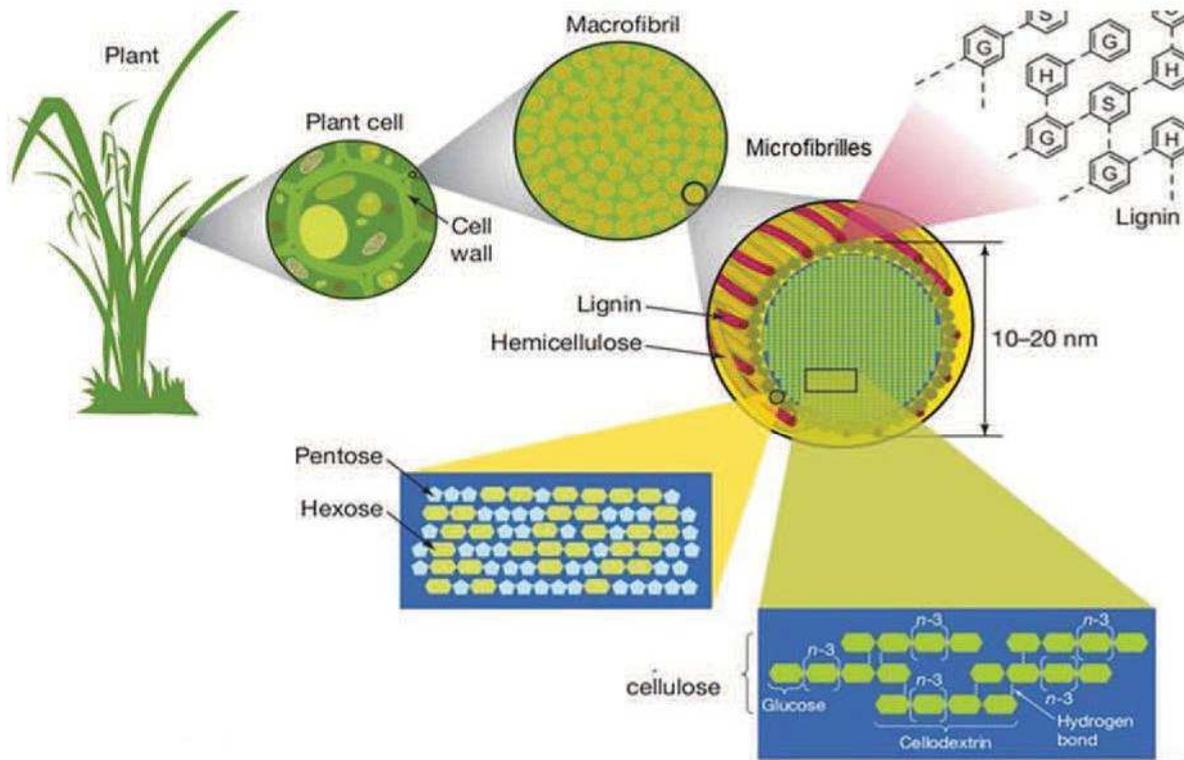


Figure II. 4 : Structuration des microfibrilles et macrofibrilles dans les cellules végétales[37].

Les liaisons ester entre le groupe carboxyle libre de l'hémicellulose et les groupes benzyle de la molécule de lignine conduisent à la formation du complexe lignine-carbohydate qui entoure la cellulose et lui confère ainsi une résistance à la dégradation microbienne et chimique. L'association de ces trois polymères constitue le complexe lignocellulosique (Figure II.5) [88].

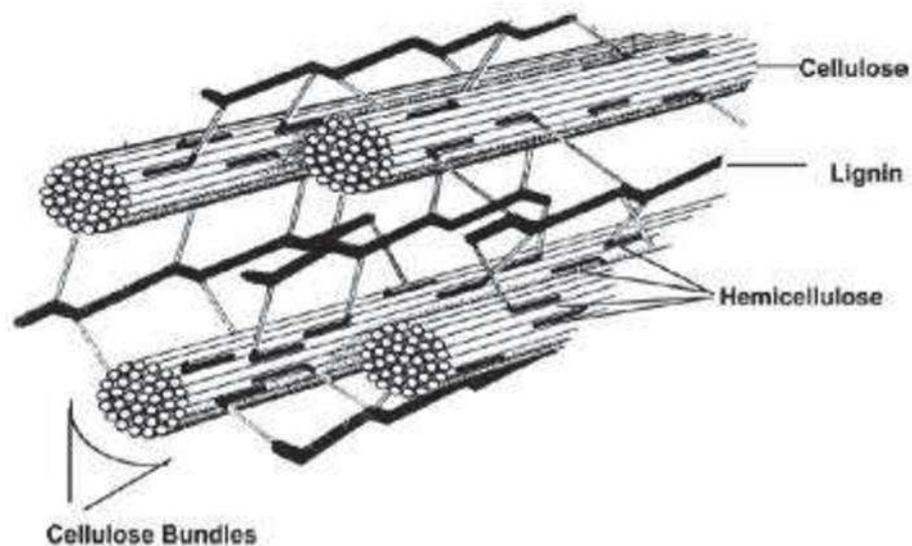


Figure II. 5 : Modèle d'organisation du complexe lignocellulosique [37].

II.3 Prétraitement des substrats pour améliorer le rendement en méthane

La conversion des lignocelluloses en biogaz se déroule en deux étapes principales, à savoir le prétraitement pour délignifier la lignine et exposer la structure cristalline de la cellulose et la fermentation microbienne des sucres en biogaz. L'étape de prétraitement contrôle l'efficacité des étapes suivantes et représente également la plus grande partie du coût de production du biocarburant à partir de matières lignocellulosiques. Il existe un grand nombre de méthodes de prétraitement, notamment les méthodes physiques, chimiques, biologique et thermochimique. Une méthode de prétraitement "idéale" doit être simple et économique, nécessiter moins d'énergie, d'eau de traitement et de produits chimiques, déstructurer efficacement la structure lignocellulosique, être sélective de par sa nature afin de minimiser la perte de sucres, aboutir à la génération limitée de produits inhibiteurs comme les acides phénoliques, le furfural ou le 5-hydroxyméthylfurfural (HMF).

II.3.1 Prétraitements physiques

Différents types de méthodes de prétraitement physique, notamment les prétraitements mécaniques (broyage, déchiquetage et extrusion), irradiations (micro-ondes, rayons gamma et faisceau d'électrons) et ultrasons, sont appliqués pour le prétraitement physique de la biomasse lignocellulosique. Il permet de réduire la taille des particules, d'augmenter la surface et de ne pas libérer de sous-produits toxiques au cours du processus, tels sont les avantages de ces prétraitements. La composition de la biomasse ne sera pas affectée par ce type de prétraitement, car aucun réactif chimique n'est utilisé. Cependant, l'un des principaux inconvénients de ces prétraitements est qu'ils ne sont pas efficaces pour éliminer la lignine et qu'ils nécessitent une énergie spécifique pour les prétraitements respectifs. L'efficacité des prétraitements physiques peut donc être améliorée en les utilisant en même temps que d'autres prétraitements [4].

Le broyage mécanique permet de réduire la taille de la biomasse et d'augmenter sa surface. Il comprend les étapes de déchiquetage et de broyage. Le déchiquetage réduit la taille de la biomasse dans une gamme de 10 - 30 mm. La taille des morceaux devient de 0,2-2 mm après les étapes de broyage. Le broyage est particulièrement utilisé pour augmenter la surface de la biomasse récalcitrante afin d'améliorer sa biodégradabilité vis-à-vis des microorganismes digesteurs [90]. La réduction de la taille a été utilisée comme méthode unique de prétraitement pour augmenter la biodégradabilité de la biomasse pour la production de biogaz. Sharma et al.[91] ont trouvé la production de biogaz à partir de résidus agricoles et forestiers (paille de blé, paille de riz, feuilles de mirabilis et herbe de décharge)

augmentait avec la diminution de la taille des particules (de 30 à 0,088 mm). Angelidaki et al. [92] ont constaté que la meilleure augmentation des rendements en biogaz était d'environ 20 % avec des fibres de moins de 0,35 mm, et de seulement 16 % avec des fibres de 2 mm. Menardo et al. [93] ont rapporté que la réduction de taille des particules de déchets agricoles à une taille comprise entre 0,2 mm et 5 mm augmentait la production de biogaz de plus de 80 %.

Un autre type de prétraitement physique est l'extrusion, par laquelle les substrats ont été mélangés efficacement avec un transfert de chaleur rapide et une forte pression de cisaillement dans une courte durée. Il en résulte une déformation de la structure lignocellulosique qui augmente la surface du matériau, réduit la cristallinité et le degré de polymérisation de la cellulose, augmente la défibrillation. Ce prétraitement ne libère aucun inhibiteur comme le furfural et le HMF [4]. Perez-Rodriguez et al. [94] ont appliqué une extrudeuse à double vis au prétraitement des pousses de raisin pour la production de méthane. Les échantillons traités ont généré environ 15 - 21 % de biogaz en plus par rapport au matériau non traité. Il a été observé que l'extrusion réduit la quantité de fraction d'hémicellulose d'environ 50%, augmentant simultanément la fraction de produits chimiques solubles (carbohydrates, protéines, lipides) qui sont rapidement convertis par les microorganismes méthanogènes et augmentant ainsi la production de méthane. Hjorth et al. [95] a pratiqué l'extrusion sur cinq biomasse agricole différents pour améliorer la digestion anaérobie et a indiqué que l'extrusion accélère la dégradation des composés organiques lentement dégradables. En outre, il a indiqué que le rendement en méthane a augmenté de façon significative de 18 à 70% après 28 jours et de 9 à 28% après 90 jours. Le prétraitement à l'extrusion a été appliqué pour prétraiter la paille de riz pour améliorer la production de méthane. Le rendement en méthane de la biomasse extrudée était de 72% supérieur à la paille de riz et non traitée [96].

Le prétraitement hydrothermique est un procédé dans lequel la biomasse lignocellulosique est exposée avec de l'eau à l'état liquide à une température plus élevée pendant quelques minutes à quelques heures, à une pression élevée. L'eau à haute température agit comme un acide en raison de l'auto ionisation avec génération d'ions hydrogène, ce qui réduit considérablement le pH à un niveau acide. L'eau pénètre dans la biomasse lignocellulosique pour hydrater la cellulose, En outre, elle provoque le gonflement (non chimique) de la cellulose, augmentant ainsi la surface de la cellulose essentielle à l'action enzymatique. L'eau sous pression aide à cliver les groupes d'acide acétylique et uronique de

l'hémicellulose et produisant de l'acide acétique et d'autres acides organiques qui rendent les oligosaccharides plus solubles [97]. Di Girolamo et al. [98] ont constaté une augmentation du rendement en méthane de 23 % après le prétraitement de la canne de provence à 180 °C pendant 10 minutes. Eduardo et al. [99] a étudié le prétraitement hydrothermique des coques de café effectué à 120, 180 et 210 °C pendant 1, 5, 15 et 60 minutes. Les résultats démontrent le rendement cumulé le plus élevé en méthane de 144,96 NmL CH₄ g COD⁻¹ à partir de coques de café prétraitées à 120 °C et 60 minutes. Pour la paille de riz, le prétraitement thermique à 120°C pendant 60 min a augmenté le rendement en méthane de plus de 98% [100]. Kim et al. [22] ont signalé que le prétraitement hydrothermique à 121°C pendant 60 minutes de la paille de riz entraîne une augmentation de 50,4 % du rendement en méthane par rapport aux substrats non traités. Mailin et al. [101] ont réalisé le prétraitement hydrothermique (150°C, 20 min) de la canne à sucre, ce qui a entraîné une augmentation de 63 % par rapport aux substrats non traités. Kang et al. [102] ont également rapporté une production de méthane plus faible à 200 °C par rapport à 175 °C, ce qui a donné 290,6 L/kg MO pour le Pennisetum hybride, en raison de la forte concentration de composés inhibiteurs à 200°C qui inhibent les bactéries anaérobies. Cependant, des résultats contrastés sont également disponibles, où une température de réaction de 200°C a donné lieu à un prétraitement pour une production maximale de méthane. Le prétraitement hydrothermique à 200 °C pendant 15 minutes a permis d'améliorer la production de biogaz avec un rendement de 89 % supérieur à celui du *Phragmites australis* subsp non traité [103]. Ferreira et al. [104] ont également observé que le prétraitement hydrothermique à 200 °C pendant 1 minute a permis d'augmenter la production de biogaz avec un rendement de 20 % supérieur à celui de la paille de blé non traitée. Cette contradiction pourrait être un argument lié aux différences de composition chimique des matières premières et aux caractéristiques structurelles variables.

Les micro-ondes sont la technique de prétraitement par irradiation la plus étudiée. Les micro-ondes peuvent modifier la structure de la cellulose par la destruction de l'hémicellulose et de la lignine et améliorer l'accessibilité enzymatique de la biomasse lignocellulosique. Le principal effet du rayonnement micro-ondes est le chauffage. Le principal avantage du prétraitement est qu'il permet de chauffer rapidement un grand volume de matière, ce qui réduit le temps de traitement et économise de l'énergie. Il pourrait constituer une alternative efficace à la méthode de chauffage classique [15], [82]. Jackowiak et al. [105] ont utilisé des micro-ondes à 150 °C pour prétraiter la paille de blé et

ont constaté qu'elles étaient capables d'augmenter le rendement en méthane de 28 %, par rapport à la paille de blé non traitée. Une autre étude a montré que l'irradiation par micro-ondes de la paille de riz (190 °C pendant 4 minutes) a donné le rendement le plus élevé de méthane à 325,76 mL/g MO [106]. Par conséquent, dans la plupart des cas, les micro-ondes ont été utilisées en conjonction avec d'autres prétraitements chimiques pour réduire la sévérité et la température du prétraitement, par exemple, les prétraitements acides, alcalins [107], [108].

II.3.2 Prétraitement chimique

Le prétraitement chimique consiste à utiliser des produits chimiques pour décomposer la structure complexe de la lignine afin de réagir avec la cellulose. Les prétraitements chimiques les plus couramment utilisés sont le prétraitement alcalin, acide diluée et acide concentrée. L'utilisation de prétraitements chimiques domine les prétraitements physiques ou biologiques en raison de leur efficacité dans la biodégradation des matériaux lignocellulosiques complexes. Cependant, le coût élevé des produits chimiques utilisés dans les procédés chimiques est un inconvénient majeur de cette méthode.

Le prétraitement alcalin est l'une des méthodes de prétraitement les plus efficaces en raison de sa grande efficacité et de la simplicité relative du procédé. De nombreux différents types de réactifs alcalins tels que l'hydroxyde de calcium, l'hydroxyde de sodium et l'hydroxyde d'ammonium peuvent être utilisés pour effectuer le prétraitement de la biomasse lignocellulosique. Les principaux mécanismes du prétraitement alcalin sont le gonflement de la biomasse, ce qui augmente la surface interne de la biomasse et diminue à la fois le degré de polymérisation et la cristallinité de la cellulose, détruire la lignine et dissocier les liaisons ester et éther entre la lignine et les polysaccharides et réduire les liaisons hydrogène entre la cellulose et l'hémicellulose de la biomasse lignocellulosique, ce qui rend les carbohydrates plus accessibles. Les acétyles et autres substitutions d'acide uronique sur l'hémicellulose qui réduisent l'accessibilité des enzymes à la surface de la cellulose sont également éliminés par les prétraitements alcalins [109]. Le prétraitement alcalin est l'une des méthodes efficaces pour solubiliser la lignine. Par exemple, la paille de riz a été prétraitée avec du NaOH à des concentrations de 2 à 8 % à 35 °C pendant 8 jours [110]. Après le prétraitement au NaOH les pourcentages de lignine et d'hémicellulose ont diminué. L'effet du NaOH a été plus important sur la lignine que sur l'hémicellulose dont le pourcentage de la teneur en lignine a été réduit de 12,5% dans la paille non traitée à seulement 5,5% au plus bas dans la paille traitée au NaOH. L'élimination de la lignine ainsi que de l'hémicellulose a contribué à augmenter la

production de biogaz pour la paille de riz qui avait été prétraitée à toutes les concentrations de NaOH. L'hydroxyde de sodium est la base la plus populaire utilisée dans le prétraitement alcalin et a été largement étudié pour améliorer le rendement du biogaz/ méthane à partir de la biomasse lignocellulosique. Taherdanak and Zilouei. [111] ont rapporté que le prétraitement alcalin avec 8% g/v de NaOH pendant 60 minutes à 75 °C a changé de manière significative la structure des plantes de blé avec une élimination efficace de la lignine et des hémicelluloses, en conséquence, le rendement en méthane a augmenté de 54,5% par rapport à la plante de blé non traitée. Zhu et al. [112] ont étudié l'effet du prétraitement alcalin sur la production de biogaz à partir des tiges de maïs en utilisant différentes concentrations de NaOH (1 %, 2,5 %, 5,0 % et 7,5 %) pendant 24 heures. Ils ont conclu que le rendement en biogaz le plus élevé de 372,4 l/kg a été obtenu avec les tiges de maïs prétraitées au NaOH à 5 %, soit 37,0 % de plus que celui des tiges de maïs non traitées. Les tiges de tournesol traitées par un prétraitement alcalin avec cinq réactifs chimiques : NaOH, H₂O₂, Ca(OH)₂, HCl et FeCl₃). Après le prétraitement, le rendement en méthane de la tiges de tournesol prétraitée à 4 % de NaOH à 55 °C pendant 24 h était 27 % plus élevé que celui des tiges de tournesol non traitées [113]. Song et al. [114] ont utilisé un prétraitement alcalin avec trois réactifs chimiques (NaOH, Ca(OH)₂ et NH₃-H₂O) à des concentrations de 1%, 2%, 3% et 4% (g/g) à 25 °C pendant 7 jours pour traiter la paille de maïs. Dans les conditions les plus appropriées, c'est-à-dire une concentration de Ca(OH)₂ de 8 % (g/g) à 25 °C pendant 7 jours, les rendements en biogaz étaient 115,4 % plus élevés par rapport à ceux de la paille de maïs non traitée. Zheng et al [115] a signalé une augmentation de 72,9% du rendement en méthane pour les tiges de maïs en utilisant 6 % de NaOH et à température ambiante (20 °C) pendant 3 jours.

Le prétraitement acide est effectué soit avec des acides concentrés dans la gamme de 30 à 70 % à une température basse (<100 °C), soit avec des acides dilués dans la gamme de 0,1 à 10 % à une température élevée (100 à 250 °C), selon le type de substrat et les résultats attendus [88]. L'hydrolyse acide diluée a été utilisée avec succès pour le prétraitement des matériaux lignocellulosiques. Elle a été utilisée dans le cas d'une large gamme de matières premières, notamment le bois tendre, le bois dur, les cultures herbacées, les résidus agricoles, les vieux papiers et les déchets solides municipaux. Il a donné de bons résultats sur la plupart des matériaux de la biomasse. L'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide phosphorique et l'acide sulfurique ont été étudiés pour être utilisés dans le prétraitement de la biomasse. L'acide sulfurique dilué est généralement utilisé comme acide privilégié. Il est mélangé à la

biomasse pour solubiliser l'hémicellulose et augmenter ainsi l'accessibilité de la cellulose dans la biomasse. Ce mélange peut être chauffé directement avec l'utilisation de vapeur comme dans le prétraitement à la vapeur, ou indirectement via les parois de la cuve du réacteur [116]. Le prétraitement à l'acide sulfurique dilué peut améliorer considérablement l'hydrolyse de la cellulose [109] et peut améliorer de manière significative le rendement en gaz de la digestion anaérobie de la biomasse lignocellulosique. Pour le prétraitement de la paille de riz à l'acide dilué, un rendement maximal en méthane de 98,5 % a été obtenu avec de H_2SO_4 à 1,5 % (p/p) pendant un temps de réaction de 90 minutes à 120°C [117]. Le prétraitement à l'acide dilué avec 1 % de H_2SO_4 a été utilisé pour le prétraitement de la paille de riz à 120 °C pendant 120 minutes. Le prétraitement a permis d'augmenter de manière significative le rendement en méthane, qui était de 16% supérieur à celui de la paille de riz non traitée [118]. Song et al. [114] ont utilisé H_2SO_4 dans le prétraitement de la paille de blé avec des concentrations de 1-4% pendant 7 jours à 25°C. La paille de blé prétraitée avec H_2SO_4 à 2% a montré un rendement en méthane 74,6% plus élevé que celui de la paille de blé non traitée. Le prétraitement de la paille de blé avec de H_2SO_4 à 2,99 % à 157,84 °C pendant 20,15 minutes a donné lieu à un rendement maximal de méthane, qui était 56,96 % plus élevé que celui de la paille de blé non traitée [119]. L'influence de la concentration d'acide sulfurique dans la gamme de 0,01%-2% sur le rendement en méthane de la paille de riz y examinée par Kim et al. [22]. La production totale de méthane pour la paille de riz prétraitée à l'acide dilué était la plus élevée pour le traitement acide le plus dilué (c'est-à-dire H_2SO_4 à 0,01%), tandis que la plus faible pour le traitement acide le plus concentré (c'est-à-dire H_2SO_4 à 2) suggérant une dégradation de la cellulose et de l'hémicellulose aux inhibiteurs. Antonopoulou and Lyberatos. [120] ont également étudié l'impact du prétraitement à l'acide dilué sur le sorgho sucré. Le rendement en méthane augmente avec la diminution de la concentration d'acide et atteint son maximum pour H_2SO_4 à 0, 1 %, tandis que l'acide concentré (à des concentrations de H_2SO_4 supérieures à 0,5 %) a un effet négatif sur le rendement en méthane en raison de l'accumulation de matières inhibitrices.

II.3.3 Prétraitement biologique

Le prétraitement biologique consiste à utiliser des micro-organismes ou des enzymes pour prétraiter divers matériaux lignocellulosiques. Les principaux micro-organismes utilisés comprennent principalement des champignons blancs (par exemple, *Phanerochaete chrysosporium* et *Ceriporia lacerata*), bruns (par exemple, *Serpula lacrymans* et *Coniophora puteana*), et des champignons de pourriture molle (par exemple, *Paecilomyces* sp. et

Cadophora spp.) ainsi que des bactéries (par exemple, *Bacillus circulans* et *Sphingomonas paucimobilis*) pour dégrader la lignine, hydrolyser partiellement les hémicelluloses et réduire le degré de polymérisation de la cellulose. Il a été signalé que les champignons à pourriture blanche sont les plus utilisés et les plus efficaces pour le prétraitement biologique [121]. Les avantages du prétraitement biologique sont une faible consommation d'énergie, l'absence ou le faible besoin de produits chimiques et une faible pollution de l'environnement. Cependant, le principal inconvénient du prétraitement biologique est sa faible efficacité [121]. Prétraitement fongique a été effectué avec *A. biennis*. Après le prétraitement, une amélioration du rendement en méthane a été obtenue, qui était de 31 et 43% pour 14 et 30 jours de culture, respectivement, plus élevé que la sciure de saule non traitée [122]. Le prétraitement microbien de la biomasse d'*Albizia* avec le champignon *Ceriporiopsis subvermispora* a permis d'améliorer la production de biogaz. Une élimination maximale de la lignine de 24 % a été observée après 48 jours de prétraitement fongique et a conduit à une production de méthane 3,7 fois plus élevée que la biomasse d'*Albizia* brute [123]. Liu et al. [124] ont étudié l'effet de *Phanerochaete chrysosporium* sur la production de biogaz à partir d'ensilage de canne de maïs. Les résultats de cette étude ont montré que le rendement en méthane était amélioré de 11 % par le prétraitement fongique par rapport à l'ensilage de canne de maïs non traité. Bien que le prétraitement fongique soit rentable et respectueux de l'environnement, il ne peut être exploité industriellement en raison de son faible taux d'hydrolyse et de son long temps de rétention. D'un autre côté, lorsque le prétraitement est combiné à d'autres méthodes de prétraitement telles que les méthodes physiques ou chimiques, la productivité du système global est améliorée. Une étude montre que lorsque la sciure de saule est soumise à un prétraitement alcalin (20 g/100 g MS de NaOH) après un prétraitement biologique avec *A. biennis* (après 30 jours de culture). Ils ont obtenu une augmentation de 12,5 % et 50,1 % du rendement en méthane par rapport au prétraitement alcalin et fongique seul, respectivement, et 115% plus élevé que le rendement en méthane de la sciure de saule non traitée [122].

II.4 Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) : un substrat modèle

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L) est une culture horticole importante ainsi que le cœur des systèmes de culture oasiens dans les pays producteurs du palmier dattier. Il est largement cultivé pour ses fruits sucrés, principalement dans les zones arides ou semi-arides du monde, car la maturation des dattes nécessite un été long et chaud avec une très faible humidité. Il peut pousser sur une grande variété de sols, mais les sols de loam sableux

et de loam argileux sont considérés comme les plus appropriés, bien qu'il puisse même pousser sur des sols très salins. Avec une durée de vie de 100-150 ans, il peut atteindre 30 m de hauteur. Cependant, l'âge de la production commerciale des arbres est moindre (principalement de 15 à 30 ans). Néanmoins, il y avait des palmiers dattiers considérés comme commercialement productifs pendant 50 ans[125].

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est l'axe de l'agriculture oasienne saharienne algérienne. Environ 18 millions du palmier dattier sont cultivés sur une superficie de 169 380 ha [7].

II.4.1 Palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.): définition et morphologie.

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) a été dénommé *Phoenix dactylifera* par Linee en 1934. *Phoenix* dérive de *Phoinix*, nom du dattier chez les Grecs de l'antiquité, qui le considéraient comme l'arbre des Phéniciens ; *Dactylifera* vient du latin *dactylus* dérivant du grec *daktulos*, signifiant doigt, en raison de la forme du fruit [126]. Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) appartient à la famille des *Arecaceae* qui comprend 183 genres et plus de 2400 espèces. *Phoenix dactylifera* L. est l'une des cinq espèces domestiquées au sein des *Arecaceae* ; les quatre autres espèces sont le palmier à noix d'arec ou de bétel (*Areca catechu*), le palmier à pêche (*Bactris gasipaes*), le palmier à noix de coco (*Cocos nucifera*) et le palmier à huile (*Elaeis guineensis*) [127]. Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est typiquement cultivé dans les oasis sahariennes. Celui originaire d'Afrique du Nord, est amplement cultivé de l'Arabie jusqu'au Golfe Persique, où il forme la végétation caractéristique des oasis. Il est cultivé en outre aux Canaries, dans la Méditerranée septentrionale et dans la partie méridionale des Etats-Unis.

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) de plus, c'est une plante dioïque contenant donc des palmiers mâles et des palmiers femelles.

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) se constitue principalement de 10 parties à savoir (Figure II.6) [126]:

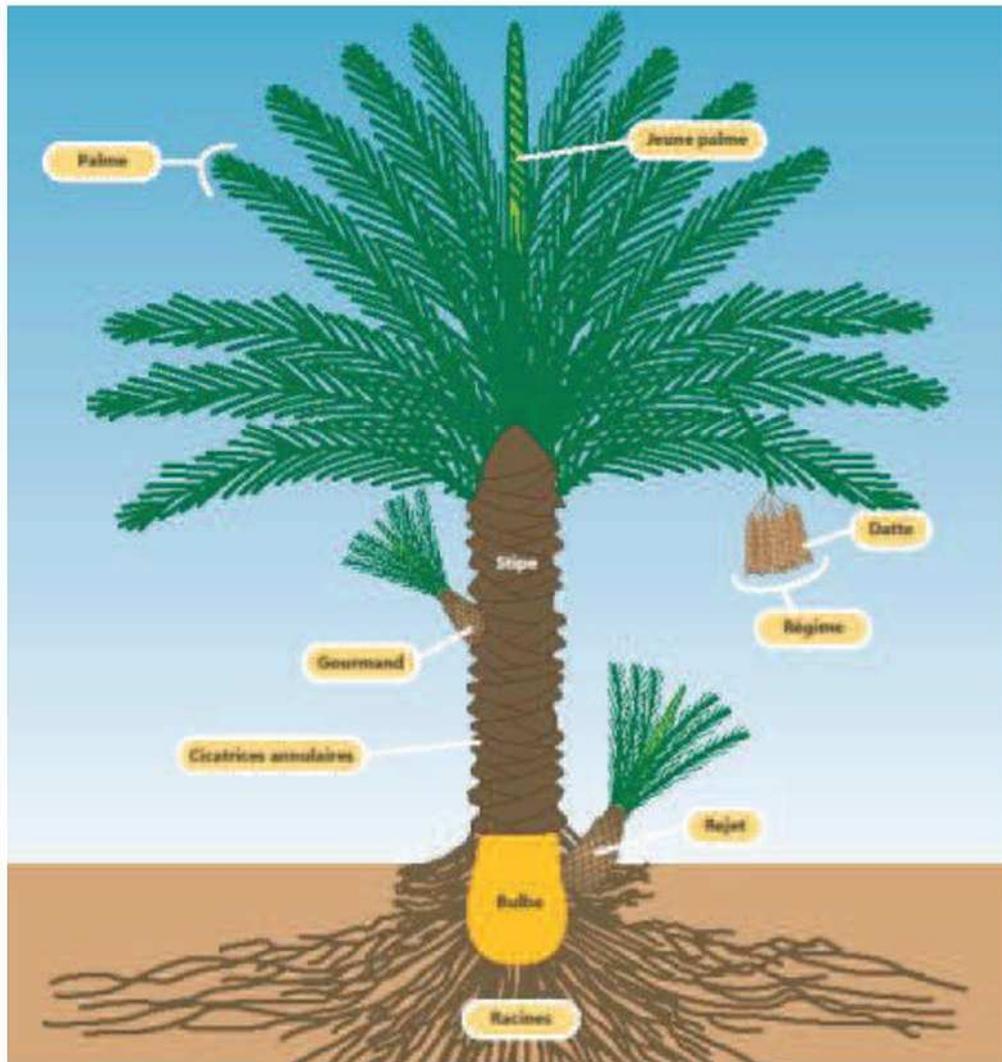


Figure II. 6: Présentation schématique d'un palmier [126].

- **Palmes** : Ce sont des feuilles composées, pennées. Les folioles sont régulièrement disposées en position oblique le long du rachis, isolées ou groupées, pliées longitudinalement en gouttière. Les segments inférieurs sont transformés en épines, plus ou moins nombreuses et plus ou moins longues. En général, les premières folioles situées au-dessus des épines sont plus longues que celles situées à l'extrémité supérieure de la palme (Figure II.7). A l'extrémité inférieure de la palme, le rachis s'élargit pour former le pétiole s'insérant directement sur le tronc.

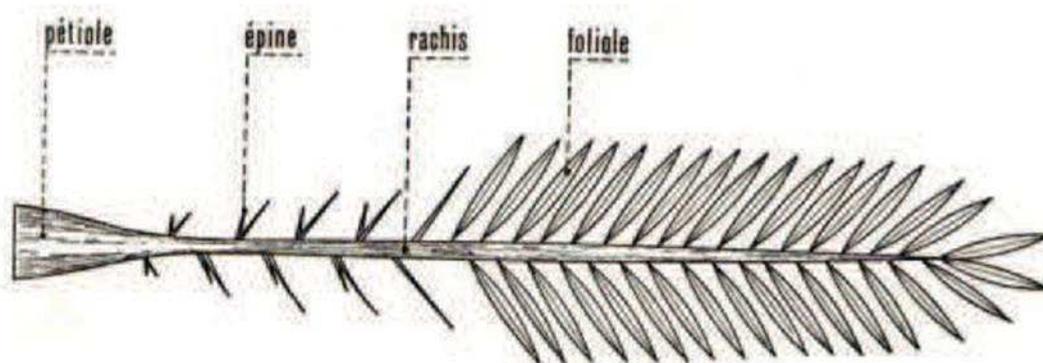


Figure II. 7: Schéma d'une palme [126].

- **Jeune palme :** La jeune palme sont disposées sur le troc en hélice, elles demeurent en activité pendant plusieurs années, de quatre à sept ans, puis elles jaunissent, se dessèchent et meurent. Leur déclin peut être influencé par défaut de nutrition résultant d'un mauvais état phytosanitaire.
- **Régime de dattes :** Un régime de dattes (ou spéculé) est la partie qui supporte les fruits du palmier. Il est accroché au palmier par la hampe. Il peut contenir plus de 1000 fruits, Le palmier devra être âgé d'au minimum 7 ans avant de produire des dattes.
- **Dattes :** Ces fruits sont de forme ovale. La chair très sucrée entoure la graine. Récoltées en automne, leur couleur varie du rouge lumineux au jaune lumineux selon les variétés. Un palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) peut produire de 10 jusqu'à 100 kg par an.
- **Gourmand :** Un gourmand est une branche secondaire qui se développe sur la branche principale d'une plante. Il faut généralement les supprimer car comme leur nom l'indique, ils sont gourmands et épuisent inutilement la plante.
- **Stipe :** Le stipe rappelle le tronc des arbres mais est en fait composé de fibres végétales des anciennes feuilles. Son diamètre peut varier légèrement selon les conditions climatiques.
- **Cicatrices annulaires :** On a l'impression que le palmier a un « tronc recouvert d'écailles ». Ces cicatrices annulaires correspondent au point d'attache de la feuille ancienne une fois le pétiole (support de la feuille) tombé. Elles permettent au grimpeur de s'y accrocher pour atteindre les dattes.
- **Rejet :** Le rejet est une jeune pousse du végétal, qu'il est possible de planter pour obtenir un nouveau palmier. Celui-ci sera choisi par l'homme parmi une sélection des meilleurs palmiers.

- **Bulbe** : Se situant à la base du stipe, le bulbe constitue la réserve du palmier. De là part le système racinaire d'où émergent les racines primaires courtes de moins d'un mètre, et longues de plus de 20 mètres.

Le système racinaire présente plusieurs zones d'enracinement : les racines respiratoires, les racines de nutrition, les racines d'absorption et une zone dont les racines sont très bien développées particulièrement dans le cas où la nappe phréatique se trouve à une grande profondeur

II.4.2 Situation de la culture du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) en Algérie

Au début du vingtième siècle, le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) en Algérie était cultivé comme une culture de subsistance et reposait sur une irrigation par un système de foggaras (conduits souterrains), d'eaux souterraines et d'autres sources. A cette époque, 4,5 millions du palmier dattier étaient exploités. Pendant la période coloniale, les techniques de culture se sont améliorées et les cultures de sous-bois, notamment les arbres fruitiers, ont été introduites ; le nombre de palmiers est passé à 6,7 millions [7].

Au cours des années 1980, de nouvelles zones d'agriculture saharienne ont été créées, notamment à Adrar, El Oued, Biskra, Ouargla et Ghardaïa. A la même période, dans ces régions, un réseau électrique se développe et de nouvelles ressources en eau sont mobilisées. Le nombre du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est passé de 8 à 9 millions en 1990 par la création de grandes surfaces à Biskra, El Oued, El Guerrara, El Meniaa, Adrar et In Salah [7]. Depuis 2000, les dattiers algériens ont connu une nouvelle expansion qui a atteint 13,5 millions d'arbres occupant 120 830 ha en 2002 et actuellement 18 millions d'arbres sur 169 380 ha [7]. Bien que cette superficie soit répartie sur 17 wilayas du pays, elle se concentre néanmoins principalement dans les wilayas du Sud-Est et du Sud-Centre du pays. La première place est occupée par Biskra avec plus de 23% du périmètre national, suivie par la wilaya d'Adrar avec près de 21% et la wilaya d'El Oued avec plus de 20% [128].

II.4.3 Situation de la culture du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) dans la région d'Adrar

La région d'Adrar est l'une des plus importantes régions phoenicicoles d'Algérie, en termes de superficie et de production. Les statistiques agricoles disponibles jusqu'au 2019 montrent que le superficie phoenicicole de Adrar est constitué de 3 798 759 palmiers [6]. Le nombre total du palmier dattier connaît une forte augmentation, passant de près de 3 725 420 palmiers en 2014 [86] à 3 798 759 palmiers en 2019 [6].

II.4.4 Les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.).

Nous avons choisi les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) comme substrat pour la présente étude à cause de leur abondance dans la région d'Adrar. Ces déchets sont renouvelables grâce à l'opération annuelle de nettoyage des palmiers dattiers. Ils sont principalement composés de palmes, pétioles, régimes, pédoncule du régime, spathes et fibrilium. Ces déchets sont recyclés localement en vannerie artisanale, en construction, et comme brise-vent contre la désertification. Ces activités artisanales sont en perpétuelle érosion et les déchets accumulés sont ensuite brûlés à l'air libre, ce qui provoque des problèmes environnementaux visuels et olfactifs Tableau II. 1. L'utilisation de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) pour la production de bioénergie permettra non seulement de réduire le brûlage à l'air libre, mais sera également une source de production d'énergie plus propre.

Tableau II. 1: Utilisation traditionnelle et artisanale des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) [86]

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'éventail, tapis de prière (sadjada), panier, tapis, Fabrication de papier, couscoussier et le zenbille
Rachis	Lit, chaise, cage, porte et berceau
Pétioles	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 contreplaqué
Régime	Plats, corde, ballet
Fibrilium	Corde, lave-vaisselle, filtres, semelle, filets

CHAPITRE III
MATERIELS ET METHODES

III.1 Introduction

Dans ce chapitre, l'ensemble des méthodes et matériaux utilisés pour la réalisation de ce travail sont détaillés.

La première partie est consacrée aux prospections sur le terrain de la variété Takarboucht dans la zone d'étude.

Dans la deuxième partie, nous procédons à la caractérisation chimique des différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) à savoir le taux de matière sèche (MS), le taux de la matière organique (MO) et le taux de cendre en utilisant la méthode gravimétrique. La technique qualitative comme l'analyse élémentaire est utilisée pour caractériser les différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.). La méthode standard ASTM est utilisée pour la caractérisation biochimique des différentes parties du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.).

Dans la troisième partie, nous représentons l'échantillonnage de substrat, la préparation de l'inoculum et les méthodes de prétraitement appliquées aux déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.). Ces déchets étant principalement constitués de cellulose, lignine, et hémicellulose, nous avons réalisé une étude comparative entre un prétraitement acide, alcalin et hydrothermique afin de comparer leur aptitude à la dégradation et donc à faciliter la digestion anaérobie. En outre, nous avons optimisé le prétraitement thermique des palmes en utilisant la méthodologie de surface de réponse avec un plan composite centré réalisé avec deux variables indépendantes et une variable dépendante (le rendement en méthane) pour atteindre les objectifs de la thèse. Pour la mesure du volume de méthane nous avons utilisés la méthode automatisée et manuelle.

III.2 Prospections sur le terrain

Les prospections du terrain ont été réalisées aux jardins de l'Institut National de la Recherche Agronomique (INRA) d'Ouled Aissa, à environ 5 km d'Adrar, Algérie. Le site présente les caractéristiques suivantes : Altitude : 278 m : 27° 49 N et Longitude : 00°11, la température dont le maximum absolu atteint 49 °C en été et le minimum absolu peut atteindre - 3°C en hiver.

L'enquête a été réalisée sur vingt palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) du cultivar Takarboucht, âgés de 25-30 ans, non affectés par la maladie du bayoud et qui sont également productifs.

Pendant le nettoyage annuel des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) au mois d'octobre (Photos III. 1), différentes parties du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), dont

les palmes, pétioles, régimes, pédoncule du régime, spathes et fibrilium ont été collectés de chaque palmier choisi (Photos III. 2).

Après chaque opération de nettoyage des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) sélectionnés, une évaluation du nombre de chaque type de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) par palmier est effectuée à partir de dénombrement directs, suivi d'une pesée de chaque type de déchets pour chaque palmier afin de déterminer le poids total.



Photo III. 1: Nettoyage des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.)



Photo III. 2: Déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) (a palme, b pétiole, c régime, d pédoncule du régime, e spathe, f fibrilium).

III.3 Préparation de substrat

Toutes les différentes sortes de biomasse des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), à savoir les palmes, pétiole, régime, pédoncule du régime, spathe et fibrilium, ont été collectées à partir d'INRA. Ces biomasses dattiers ont été soigneusement choisies car elles sont riches en carbohydrates, ressources naturelles renouvelables et librement accessibles en tant que biomasse de déchets agricoles pour la valorisation bioénergétique. Les déchets ont par ailleurs été découpés en morceaux de 3 à 5 cm. Les échantillons découpés ont été broyés à une taille de 0,4 à 0,5 mm à l'aide d'un broyeur traditionnelle (Photos III. 3), puis lavées abondamment à l'eau de robinet et en suite à l'eau distillé pour éliminer les poussières (Photo III. 4), puis séchées à l'air libre et passés à travers un tamis de 0,4 mm (photos III. 5) pour obtenir une taille de particule uniforme. Tous les échantillons ont été stockés dans un bac tout en évitant l'exposition à l'air atmosphérique pour éviter l'absorption d'humidité. En outre, avant le lancement de la digestion anaérobie, les différents types de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) ont été mélangés dans différentes proportions en poids (%) (Tableau III. 1) afin de réaliser l'étude de l'influence des différents prétraitements sur le rendement en méthane. Par contre, l'étude d'optimisation du prétraitement hydrothermique est réalisée en utilisant uniquement la digestion des palmes.



Photo III. 3: Broyeur traditionnelle



Photo III. 4 : Lavage du substrat



Photo III. 5: Tamisage du substrat

Tableau III. 1: composition du mélange de déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)

Différent déchets	Palme	Pétiole	Régime	Pédoncule du régime	Spathe	Fibrilium
Proportion en poids (%)	56,98	16,02	11,13	6,87	4,81	4,17

III.4 Caractérisation du substrat

Afin de déterminer le potentiel du méthane contenu dans les déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.), il est essentiel de caractériser leurs compositions. Cette détermination est effectuée sur un substrat broyé et tamisé et qui respecte un nombre de normes et de standards appropriés au substrat.

III.4.1 Matière Sèche et matière organique

la détermination de la matière sèche (MS) et organique (MO) a été réalisée selon des méthodes standard APHA, 1999 [129].

Des creusets en porcelaine nettoyés et séchés au préalable étaient tarés (P_1) par une balance de précision. Ensuite, 5 g des échantillons étaient ajoutés et leur poids était déterminé (P_e). Ensuite, les creusets étaient placés dans une étuve à 105°C pendant 24 heures. Ils ont été ensuite refroidis pendant ¼ h dans un dessiccateur avant d'être pesé à nouveau (P_2). Finalement, les creusets étaient placés au four à moufle à 550°C durant 2 heures, puis étaient ensuite refroidis dans un dessiccateur et pesés à nouveau (P_3).

Le taux de (MS) représente le poids de l'échantillon après un séchage pendant 24 heures à 105°C :

$$MS(\%) = \left(\frac{P_1 - P_2}{P_e} \right) * 100 \quad (\text{III. 1})$$

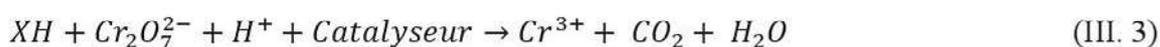
Le taux de MO a été calculé par la différence entre les deux poids, celui de l'échantillon sec (P_2) et celui de l'échantillon après calcination à 550°C (P_3) :

$$MO(\%) = \left(\frac{P_2 - P_3}{P_e} \right) * 100 \quad (\text{III. 2})$$

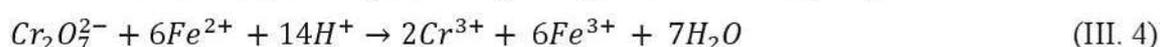
III.4.2 Mesure de la demande chimique en oxygène

La demande chimique en oxygène (DCO) est mesurée selon la norme APHA, 1999 [130]. Elle exprime la quantité d'un oxydant nécessaire pour oxyder la matière organique (biodégradable ou non) d'un échantillon dans des conditions contrôlés. La quantité d'oxydant consommée est exprimée en termes d'équivalence d'oxygène. L'ion dichromate ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) est l'oxydant spécifique de cette méthode.

La DCO est évaluée par un échantillon dilué et on le plaçant dans un tube DCO contenant la solution de bichromate de potassium (en excès) et de sulfate d'argent (Ag_2SO_4) comme catalyseur, dans un milieu acide (H_2SO_4). Les tubes sont ensuite placés dans un thermo réacteur à 150 °C pendant 2 heures. Les ions bichromate, qui donnent une couleur rouge-orange à la solution, seront réduits en ions Cr^{3+} qui donnent une couleur verte à la solution lorsqu'ils sont en contact avec des composés oxydables. De façon générale, la réaction des substances organiques notées XH peut être décrite par la relation suivante, III. 3 :



La DCO est déterminée par dosage en retour : l'excès de bichromate de potassium n'ayant pas réagi à la fin de la réaction est dosé par une solution de sulfate de fer d'ammonium [sel de Mohr $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$], et en présence de ferroïne comme indicateur coloré. La réaction de dosage est représentée par l'équation suivante, (III.4) :



L'équation suivante, (III.5) représente le calcul de la DCO :

$$\text{DCO} \left(\text{mg} \frac{\text{O}_2}{\text{L}} \right) = \frac{(V_T - V_E) \cdot T \cdot 8000}{V_e} \quad (\text{III. 5})$$

V_T = volume de sel de Mohr utilisé pour l'essai à blanc ;

V_E = volume de sel de Mohr utilisé pour l'échantillon ;

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

V_e = volume en ml de la prise d'essai ;

8000 = résultent de la conversion de la DCO en mol/L en mg/L d' O_2 ; il faut donc multiplier par la masse molaire de l' O_2 (32000 mg/mol) et diviser le tout par 4, car une molécule d' O_2 fournit des 4 électrons.

III.4.3 Caractérisation biochimique du substrat

L'analyse biochimique de la biomasse permet d'identifier et de quantifier les composants de la matière organique. Ces analyses reposent généralement sur un fractionnement en familles de composés organiques ayant des propriétés chimiques identiques (cellulose, hémicellulose, lignine, fraction soluble, protéines, lipides). Le fractionnement est effectué soit par une extraction simple, soit par des extractions successives utilisant des solvants aqueux ou organiques. Le fractionnement de van Soest (van Soest & Wine, 1967) et le fractionnement selon la norme ASTM E1758-95 (1995), sur laquelle est basée la procédure du NREL intitulée "Determination of Structural

Carbohydrates and Lignin in Biomass" (NREL, 1998), est la méthode la plus couramment citée dans la littérature. Le fractionnement selon la norme NREL (1998) [131], a été sélectionnée pour la caractérisation biochimique de nos échantillons.

Des analyses du glucose, xylose, lignine (soluble et insoluble) et des protéines de sept différents types de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) ont été effectuées à l'Université Yonsei, à Séoul, en Corée du Sud.

III.4.3.1 Extraction des extractible au soxhlet

Cette procédure utilise un processus d'extraction pour éliminer les matières solubles dans l'éthanol afin d'éviter toute interférence dans les étapes analytiques suivantes. Les matières solubles dans l'éthanol peuvent comprendre la chlorophylle, les cires ou d'autres composants mineurs.

L'extraction de tous les types de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) a été effectuée avec un extracteur Soxhlet. Pour cela, 10 g de chaque type de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) ont été pesés et placés au fond de la cartouche de cellulose dans le tube central de l'extracteur Soxhlet, ensuite 160 ml d'éthanol à 95% ont été placés dans un ballon à fond rond de 250 ml. L'extraction a été réalisée en continu pendant 24 h, afin d'avoir 4 à 5 cycles par heure. La fraction solide résiduelle correspond aux déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) extraits, elle est lavée soigneusement avec de l'éthanol à 95% puis séchée à l'air, et ensuite stockée en chambre froide jusqu'à l'hydrolyse acide. La fraction liquide a été ensuite évaporée sous vide à l'aide d'un évaporateur rotatif. Puis les extraits ont été séchés dans une étuve à 45 °C pendant 24 h. La teneur en extractible a été déterminée à l'aide de l'équation III. 6.

$$\%Extractible = \frac{M_{ext}}{M_{éch}} * 100 \quad (III. 6)$$

M_{ext} : masse de l'extrait après évaporation en mg ;

$M_{éch}$: masse de l'échantillon de déchet de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) en mg avant extraction au Soxhlet.

III.4.3.2 Détermination de la lignine totale

a) Teneur en lignine Insoluble

0,3g de résidus secs obtenus après les extractions à l'éthanol a été ajoutée à 3 ml de H_2SO_4 à 72%, la solution a été bien mélangée et incubée pendant 60 minutes à 30°C. Ensuite, elle a été diluée avec 84 ml d'eau distillée pour atteindre une concentration de H_2SO_4 de 4%. Elle a ensuite été autoclavée à 121°C pendant 1 h. Une filtration sous vide permet de

récupérer deux phases (liquide et solide). La fraction liquide a été utilisée pour l'analyse des sucres et de la lignine soluble. 3 ml de surnageant ont été prélevés avec une pipette de 5 ml pour l'analyse des sucres monomères. Avant l'analyse des sucres, du carbonate de calcium a été ajouté à chaque surnageant pour la neutralisation, dont le pH était acide (environ 1,0), afin d'atteindre un pH de 5,5 à 6,0 puis filtré avec une seringue et un filtre de 0,22 µm. La fraction solide contenant la lignine insoluble est séchée à l'étuve à 105°C pendant 3h, pesée, puis calcinée dans un four à moufle à 575°C pendant 3 h pour retrancher le taux de matière minérale.

$$\text{Lignine insoluble}(\%) = \frac{M_2 - M_3}{M_1} * 100 \quad (\text{III. 7})$$

M_1 : masse initiale de l'échantillon ;

M_2 : poids de la lignine insoluble ;

M_3 : poids des cendres.

b) Teneur en lignine soluble

La lignine soluble est mesurée par un spectrophotomètre UV-Vis à 240 nm avec utilisation de cuvette en quartz. Le pourcentage de lignine soluble a été calculé comme suit :

$$\text{Lignine insoluble}(\%) = \frac{UV_{abs} * volume_{filtrat} * fois\ de\ dilution}{\epsilon * m * longueur\ de\ cuve} * 100 \quad (\text{III. 8})$$

UV_{abs} = absorbance UV-Vis moyenne de l'échantillon à la longueur d'onde appropriée ;

$Volume_{filtrat}$ = 86.73 ml ;

ϵ = absorptivité en $L \cdot g^{-1} \cdot cm^{-1}$;

m = poids de l'échantillon en g.

III.4.3.3 Analyses des sucres

La quantification des sucres monomères dans la fraction liquide récupérée lors de l'expérience précédente a été analysée par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) de la marque (Waters 717 Plus, MA, USA) équipée d'une colonne Aminex HPX-87P (BioRad Laboratoires, CA, USA) dans le détecteur RI (Waters 410, MA, USA). L'élution a été faite avec de l'eau déminéralisée à 0,6 ml /min. Cette méthode permet de déterminer les sucres suivants : glucose, xylose, cellobiose, galactose, arabinose et mannose. Dans notre cas, la teneur en glucose permet de déterminer la fraction de cellulose (%MS) et la teneur en xylose est associée à la fraction d'hémicellulose (%MS).

III.4.4 Analyse élémentaire

Les analyses élémentaires telles que les teneurs en oxygène (O), en hydrogène (H), en azote total (N) et en soufre (S) de sept différents type de déchets du palmier dattier

(Phoenix dactylifera L.) ont été effectuées à l'aide d'un analyseur élémentaire (modèle EA112/ FLASH2000) au Energy Environment Research Center, en Corée du Sud.

III.4.5 Mesure par la spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse structurale fonctionnelle basée sur le phénomène d'absorption qui se produit lorsqu'un rayonnement infrarouge traverse le matériau à étudier. Ce rayonnement est absorbé spécifiquement, selon les vibrations excitées dans le matériau. En effet, chaque molécule ou groupement composant le matériau présente des niveaux de vibration correspondant à des énergies spécifiques. Lorsque la molécule reçoit un rayonnement à une fréquence, celle-ci absorbe cette énergie et l'amplitude de ses vibrations est augmentée, permettant ainsi de caractériser les différentes liaisons présentes dans le matériau [132], [133].

Chaque liaison possède plusieurs modes vibrationnels liés à une fréquence spécifique. Les modes de vibration les plus courants sont les élongations symétrique et asymétrique (symmetric and asymmetric stretching), et la déformation angulaire dans le plan (bending) [133]. Les vibrations des élongations symétrique et asymétrique sont caractérisées par une variation de la distance entre les atomes considérés. Les vibrations de déformations angulaires se caractérisent par une variation de la position des atomes par rapport à l'axe de la liaison initiale[132].

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) des déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) non traités et prétraités a été réalisée à l'aide du spectrophotomètre IRTF. Les mesures sont réalisées en transmission entre 400 et 4000 cm^{-1} .

III.5 Etude de la méthanisation de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

III.5.1 Inoculum

La boue anaérobie épaisse a été collectée à partir d'une usine de biogaz IVAR, Randaberg (Norvège) (Photos III. 6), et utilisées comme inoculum dans l'expérience de l'augmentation du rendement en méthane de mélange des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) en effectuant un prétraitement hydrothermique, alcalin et acide. Avant l'expérience, les boues ont été stockées et maintenues dans des conditions strictement anaérobies à 36 °C pour favoriser la croissance de la culture mixte anaérobie. Les caractéristiques de boues étaient les suivantes, le pH (7,85), MS (3,7 %), MO (69,75%).



Photo III 6: Usine de biogaz IVAR, Randaberg (Norvège)

En outre, une quantité suffisante de boues denses a été collectée dans une station de lagunage de la ville d'Adrar, et a été utilisée comme inoculum pour l'expérience d'augmentation du rendement en méthane des palmes en optimisant le prétraitement hydrothermique. Les boues ont été collectées le même jour que la réalisation de l'expérience afin d'éviter toute dégradation de la matière organique avant l'utilisation (Photos III. 7)



Photo III. 7: Boues de la station de lagunage de la ville d'Adrar.

Pour réaliser l'expérience de dégazage de l'inoculum à l'échelle du laboratoire, on utilise un réacteur d'une capacité de 20 L et d'un volume utile de 15 L (Photo III. 8). La boue est versée dans le réacteur, puis celui-ci est fermé et incubé dans un bain thermostaté à $36,0 \pm 1$ °C avec une agitation manuelle quotidienne. Les caractéristiques de boues étaient les suivantes, le pH (7), MS (16,01 %), MO (58%).



Photo III. 8: Réacteur de l'inoculum

III.5.2 Prétraitement

III.5.2.1 Prétraitement alcalin

Une masse de mélange de six différents types de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) (3 g de MO), broyée à 0.4 mm, est mis dans un flacon en verre de 250 ml. Soixante millilitres de solution de NaOH à 6% (p/p) sont ajoutés. Le rapport solide/liquide (g : ml) était de 1 :20. Chaque prétraitement a été effectué en triplicata. Les flacons ont été recouverts de films plastiques, strictement fermés, puis incubés à 35 °C pendant 24 h, sans agitation. Après le prétraitement, les échantillons ont été refroidis à température ambiante, puis de l'acide chlorhydrique (2 M HCl) a été utilisé pour ajuster le pH à 7 pour la méthanogenèse. Les échantillons prétraités ont ensuite été conservés à 4°C jusqu'à leur utilisation. Un sous échantillon a été utilisé pour séparer la fraction liquide et la fraction solide par centrifugation. La fraction solide a été lavée avec de l'eau distillée plusieurs fois jusqu'à ce que le filtrat atteigne un pH neutre, séchée à l'air et stockée à 4 °C jusqu'à ce qu'elle soit utilisée pour d'autres analyses. La fraction liquide a été passée à travers un filtre de 0,2 μm et stocké à 4 °C pour une analyse ultérieure. Les conditions de prétraitement sélectionnées pour cette étude étaient basées sur les résultats d'études précédentes [20],[134].

III.5.2.2 Prétraitement acide

Une masse de mélange de six différents types de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) correspondant à de l'ordre de 3 g de MO est pesée avec précision puis introduite dans un flacon de 250 ml contenant 60 ml de solution de H₂SO₄ à 2 % (p/p). Le rapport solide/liquide (g : ml) était de 1 :20. Chaque prétraitement a été effectué en triplicata. Le mélange déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) - solution acide est mis dans l'autoclave à 121 °C pendant 30 minutes. Une fois le prétraitement terminé, le mélange a été refroidi à température ambiante, suivi d'une neutralisation du pH par la solution de 2 M NaOH. La fraction solide a été lavée avec de l'eau distillée plusieurs fois jusqu'à ce que le filtrat atteigne un pH neutre, séchée à l'air et stockée à 4 °C jusqu'à ce qu'elle soit utilisée pour d'autres analyses. La fraction liquide a été passée à travers un filtre de 0,2 μm et stocké à 4 °C pour une analyse ultérieure. Les conditions de prétraitement sélectionnées pour cette étude étaient basées sur les résultats d'études précédentes [23], [135].

III.5.2.3 Prétraitement hydrothermique

L'autohydrolyse ou prétraitement hydrothermique en phase aqueuse est une méthode de dégradation extrêmement douce qui utilise l'eau comme solvant en l'absence de

catalyseur acide. L'acidité est ici apportée par les fonctions carboxyles du polysaccharide. Dans notre travail, l'autohydrolyse de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) a été réalisée dans l'autoclave à 120 °C pendant un temps de réaction de 30 minutes. Une quantité de 3 g de MO de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) (mélange de six différents types de déchet du palmier dattier) a été ajoutée à 60 ml d'eau distillée (rapport solide/liquide de 1 :20, g/ml), le chauffage est ensuite démarré. L'instant initial t_0 est défini lorsque la température interne atteint sa valeur de consigne. Une fois le prétraitement terminé, le mélange a été refroidi à température ambiante, suivi d'une neutralisation du pH par la solution de 2 M NaOH. La fraction solide a été lavée avec de l'eau désionisée plusieurs fois jusqu'à ce que le filtrat ait un pH neutre, séchée à l'air et stockée à 4 °C jusqu'à ce qu'elle soit utilisée pour d'autres analyses. La fraction liquide a été passée à travers un filtre de 0,2 μm et stocké à 4 °C pour une analyse ultérieure. Les conditions de prétraitement sélectionnées pour cette étude étaient basées sur les résultats d'études précédentes [22], [100].

III.5.3 Optimisation de conditions de prétraitement hydrothermique

III.5.3.1 Méthodologie de la surface de réponse

La méthodologie de la surface de réponse est une technique mathématique qui a pour but de déterminer la relation entre plusieurs variables indépendantes et variables dépendantes et de déterminer les conditions expérimentales optimales. Dans notre travail, plan composite centré à différents niveaux de codage et 5 points centraux a été utilisé pour optimiser les conditions de prétraitement hydrothermique de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) en utilisant logiciel statistique Design Expert version 11.0. Selon les résultats de la littérature ([100], [99], [136], [101]), deux variables indépendantes, la température et le temps de réaction, ont été variées entre 80-138 °C et 11-68 min, respectivement (Tableau III. 2). Tous les autres paramètres du procédé, tels que la masse organique d'échantillon, le rapport solide/liquide ont été maintenus constants pour chaque expérience. Le rendement en méthane (ml/g MO) a été utilisé comme variable dépendante (réponse). Cela a permis de réaliser 13 séries d'expériences avec cinq points centraux pour estimer l'erreur expérimentale et confirmer la pertinence des modèles. En outre, une expérience de contrôle a été menée en utilisant les palmes sans prétraitement pour remplacer les palmes prétraités thermiquement afin de déterminer les effets du prétraitement hydrothermique sur les palmes prétraités.

Tableau III. 2: Les niveaux de chaque variable indépendante utilisée dans le plan composite centré

Code	Variables indépendantes	Niveaux				
		-1.414 (- α)	-1	0	1	1.414 (α)
A	Température de réaction (°C)	81	90	110	130	138
B	Temps de réaction (min)	11	20	40	60	68

Un modèle de régression polynomiale du second ordre a été utilisé pour prédire la variable dépendante (réponse). Ce modèle était :

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j}^k \beta_{ij} x_i x_j \quad (\text{III. 9})$$

Où y est la réponse/variable dépendante du modèle pour le rendement en méthane (ml CH₄/g VS), x_i , x_j représentent les variable indépendante, β_0 est le b est l'interception de la réponse, β_i représentent les coefficients de régression qui expriment les effets de chaque condition de prétraitement sur la réponse, β_{ii} est les coefficients quadratiques de régression et β_{ij} est les coefficients d'interaction de régression.

La pertinence des effets des variables sur la réponse dépendante du modèle a été analysée en utilisant l'ANOVA (analyse de la variance) qui confirme la signification du modèle et les interactions entre les variables de prétraitement et la réponse utilisée.

Le facteur de sévérité $\log R_0$ a été déterminé pour chaque expérience. Ce paramètre quantifie l'effet combiné du temps et de la température lors du prétraitement hydrothermique, et il est défini par l'équation suivante, Eq. III. 10 [101].

$$\text{Facteur de sévérité} = \log R_0 = \log \left(t \cdot \exp \left(\frac{T_r - 100}{14.75} \right) \right) \quad (\text{III. 10})$$

t est le temps de prétraitement en min, T_b est la température de base (100 °C), T_r est la température de prétraitement en °C.

III.5.4 Mesure de la production de méthane

Les substrats et l'inoculum sont caractérisés en MS et MO avant de réaliser ces expériences. Une quantité de substrat définie par un rapport précis inoculum/substrat (I/S) en termes MO est calculée au préalable en fonction de l'expérience réalisée, Eq III.11- III.14. Le rapport I/S est fixé à 2 pour ces expériences. L'expérience peut être réalisée (i) sur un mélange de différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), ces derniers étant alors mélangés dans des proportions en poids différentes, ou (ii) sur les palmes.

$$X(g) = \text{Masse inoculum (g)} * \% MS_{\text{inoculum}} * \% MO_{\text{inoculum}} \quad (\text{III. 11})$$

$$Y = \frac{X}{2} \quad (\text{III. 12})$$

$$Z = \frac{Y}{\%MO_{\text{substrat}}} \quad (\text{III. 13})$$

$$V = \frac{Z}{\%MS_{\text{substrat}}} \quad (\text{III. 14})$$

Avec :

X est la quantité de matière organique présente dans l'inoculum (g) ;

V est la quantité de substrat en MS à mettre en (g).

III.5.4.1 Méthode automatisée – AMPTS

3 g de MO de mélange de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est placée dans une bouteille de 500 ml en présence de 233 g d'inoculum avec un ratio I/S égal à 2, en utilisant le système automatisé AMPTS (Automatic Methane Potential Test System, Bioprocess Control, Suède) une photo du système est montrée en Photo. III. 9. AMPTS a été développé pour la mesure automatique en temps réel de la production de méthane pendant la digestion anaérobie de n'importe quelle biomasse organique. Le système a été conçu de manière à ce que 15 essais puissent être effectués en même temps. Le système se compose de l'unité d'incubation qui est un bain-marie thermostaté (36°C) contenant 15 réacteurs de 500 ml (Photos III. 9, a). Chaque réacteur était relié à un agitateur mécanique afin d'assurer un suffisant mixage du mélange (substrat et inoculum). Le biogaz produit dans chaque réacteur passe par un tube raccordant l'unité d'incubation à l'unité de fixation du CO₂ qui a pour but d'éliminer chimiquement le CO₂ produit pendant la digestion anaérobie (Photos III. 9, b). Celle-ci est constituée de bouteilles contenant une solution alcaline (3M NaOH) et de la thymolphtaléine comme indicateur de pH. Le méthane libéré par l'unité précédente est mesuré par un débitmètre à gaz. Cette unité est un réservoir rempli d'eau avec 15 clapets immergés (Photo III. 9, c). Chaque clapet reçoit du méthane provenant d'un bioréacteur. Le méthane s'accumule sous ces clapets, qui se lèvent lorsqu'un volume spécifique est accumulé et une impulsion électrique est alors enregistrée par le système d'acquisition. Le volume de méthane produit est ainsi représenté graphiquement et l'évolution de sa production cumulée est suivie en temps réel. Tous les tests ont été réalisés en triplicata.



Photo III 9: Système AMPTS (a unité d'incubation, b unité de fixation du CO₂, c unité de mesure du volume de CH₄).

III.5.4.2 Mesure de la production de méthane avec la méthode manuelle

Pour déterminer la production de méthane à partir des palmes, nous utilisons trente digesteurs, qui sont des modèles de laboratoire fournissant un milieu de culture anaérobie, en verre, fermés hermétiquement par un bouchon en caoutchouc, qui est équipé de deux trous, le premier pour prélever des échantillons liquides avec une seringue, et l'autre pour assurer l'échappement du méthane produit afin de mesurer son volume et d'une capacité de 500 ml (Figure III. 1). 2 g de MO de palme est placé dans une bouteille de 500 ml avec 34 g d'inoculum avec un ratio I/S égal à 2 et placée dans un bain-marie chauffé et thermostaté à une température mésophile de 36 °C (Photos III. 10). Les réacteurs sont agités manuellement en les secouant une ou deux fois par jour.

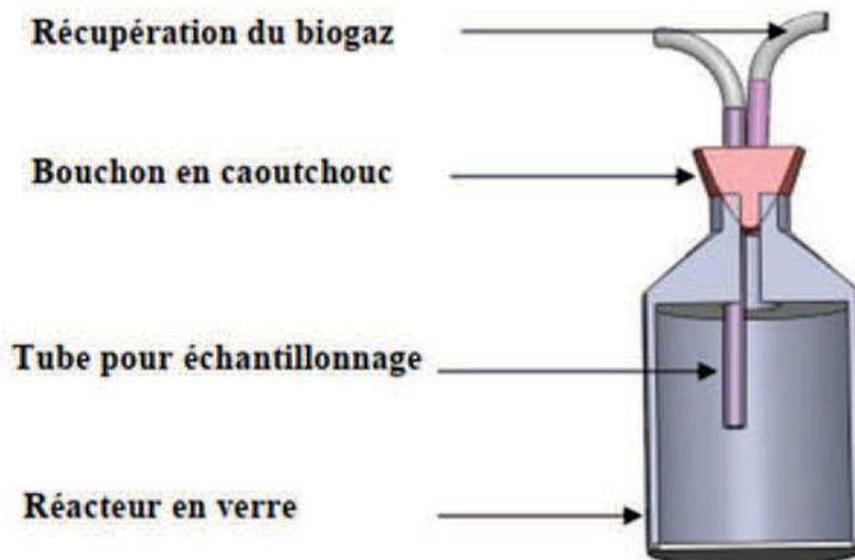


Figure III. 1: Schéma simplifié du digesteur utilisé [86]



Photo III. 10: Digesteurs incubés dans un bain-marie à $37,0 \pm 0,1$ °C.

Le volume de méthane est mesuré quotidiennement par la méthode du liquide déplacé (Figure III. 2). Le volume de biogaz produit dans le digesteur se déplace dans la colonne graduée et déplace ainsi la solution de conditionnement, qui est une solution acide à un pH de 2 pour minimiser la dissolution du CO_2 . Ensuite, ce biogaz passe à travers une

solution alcaline de NaOH (3 mol. L⁻¹) capturant le dioxyde de carbone contenu dans le biogaz dans le but de mesurer le volume de méthane.

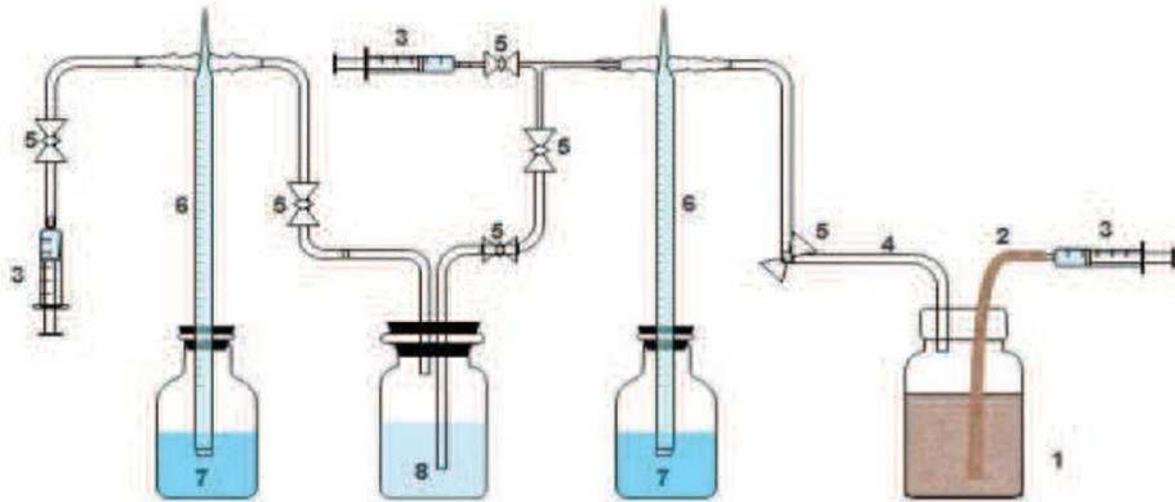


Figure III. 2: Système de liquide déplacé [86]

- 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.

III.5.4.3 Calcul de la production de méthane de substrat

Le calcul de la production de méthane prend en compte à la fois celle liée au substrat testé et celle liée à l'inoculum. Cette dernière est donc soustraite de la production totale afin d'évaluer uniquement la production liée au substrat, Eq III. 15.

$$\text{PME (ml CH}_4\text{/g MO)} = \left(\frac{V_{\text{CH}_4,\text{substrat}} - V_{\text{CH}_4,\text{inoculum}}}{\text{MO}} \right) \quad (\text{III. 15})$$

Avec :

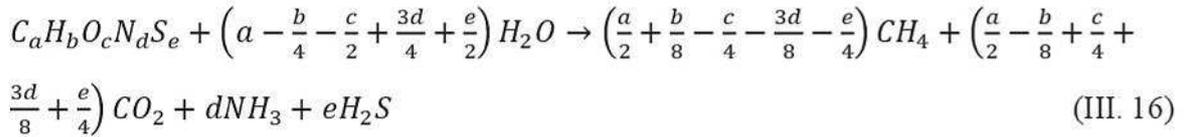
PME est le potentiel méthanogène expérimental (ml CH₄/g MO) ;

$V_{\text{CH}_4,\text{substrat}} - V_{\text{CH}_4,\text{inoculum}}$ est le volume net de méthane (ml CH₄);

MO est la quantité de matière organique dans le substrat (g).

III.5.5 Le potentiel méthanogène théorique

Selon la composition élémentaire des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et la stœchiométrie de la réaction de dégradation (Eq. (III. 16)), en utilisant la formule de Buswell [137], le potentiel méthanogène théorique (PMT) dans des conditions de température et de pression standard a été estimé à partir de l'équation III. 17.



$$PMT \text{ (mL } CH_4/\text{g MO)} = 22.4 \left[\frac{\left(\frac{a}{2} + \frac{b}{8} - \frac{c}{4} - \frac{3d}{8} - \frac{e}{4} \right)}{12a+b+16c+14d+32e} \right] * 1000 \quad (III. 17)$$

L'indice de biodégradabilité (IB) de la matière organique des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) en méthane a été calculé en fonction du PME et du PMT, Eq (III. 18).

$$BI(\%) = \frac{PME}{PMT} * 100 \quad (III. 18)$$

III.5.6 Modified Gompertz Equation

La cinétique de la production de méthane a été modélisée par l'équation de **modified Gompertz** [138]. La cinétique de la production de méthane dans des conditions discontinues a été supposée correspondre au taux de croissance spécifique des bactéries méthanogènes dans le digesteur[139]. Cette équation a été utilisée par divers auteurs [138], [140] pour étudier la croissance des bactéries, a également été utilisée pour les courbes de production cumulative de méthane observées afin de déterminer le potentiel maximal de production de méthane (H_m), le taux de production de méthane (R_m) et la phase de latence (λ), comme indiqué dans l'équation (III.19) :

$$Y(t) = H_m * \exp \left\{ -\exp \left[\frac{R_m}{H_m} (\lambda - t) + 1 \right] \right\} \quad (III.19)$$

Où $Y(t)$ est la production cumulée de méthane (ml CH_4 /g MO) à un temps t donné, H_m est le potentiel maximum de méthane (ml CH_4 /g MO) à la fin du processus de digestion, t est le temps (jour), R_m est le taux maximum de production de biométhane (ml CH_4 /g MO/ jour), λ est la phase de latence ou le temps minimum pour produire du méthane (jour), e constante mathématique (2.718282) et t est le temps global pour la production de biogaz (jours). Les trois paramètres P_m , R_m et λ ont été déterminés par régression non linéaire à l'aide de

SigmaPlot V10.0, R^2 est une mesure (en %) de la façon dont le modèle cinétique s'adapte à la courbe de production de méthane.

CHAPITRE IV
RESULTATS ET DISCUSSION

IV. 1 Introduction

Ce chapitre est divisé en quatre parties. La première partie est consacrée aux prospections sur le terrain de la variété Takarboucht dans la zone d'étude (wilaya d'Adrar). La deuxième partie présente les caractérisations de différentes parties du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) (Palme, pétiole, régime, pédoncule du régime, spathe et fibrilium). La troisième partie consiste à comparer l'impact des prétraitements acide, alcalin et hydrothermique sur le rendement en méthane des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.). La quatrième partie représente une optimisation du prétraitement hydrothermique pour assurer un rendement maximal de méthane à partir des palmes en utilisant la méthodologie de surface de réponse. Un plan composite centré a été réalisé avec deux variables indépendantes et une variable dépendante (le rendement du méthane). Le plan composite centré a permis de réaliser 13 essais au total.

IV.2 Prospection du terrain de la variété Takarboucht dans la région d'étude

Cette partie est destinée à une enquête sur le terrain qui comprend une évaluation quantitative des déchets du palmier dattier de la variété Takarboucht dans la région d'Adrar, et plus précisément dans l'INRA d'Ouled Aissa d'Adrar, Algérie. Cette démarche est nécessaire pour identifier les sous-produits générés durant la période de nettoyage du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) à savoir: les palmes, pétioles, régimes, pédoncule du régime, spathes et fibrilium, définir leurs proportions par rapport au gisement global de déchets du palmier dattier ainsi que pour évaluer leur utilisation bioénergétique.

IV.2.1 Nombre de différents déchets générés par palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

L'estimation du nombre de chaque type de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) par palmier est basée sur des calculs directement réalisés après chacune opération de nettoyage annuel pour vingt palmiers sélectionnés au niveau de l'INRA d'Ouled Aissa, Adrar, Algérie. Les résultats sont présentés dans le tableau IV.1.

Tableau IV. 1: Nombre des différents déchets générés par palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

Palmier	Nombre			
	Palme	Pétiole	Régime	Pédoncule du régime
Palmier N°1	24	20	11	24
Palmier N°2	51	13	7	20
Palmier N°3	25	26	13	18
Palmier N°4	25	15	11	20
Palmier N°5	19	29	8	10
Palmier N°6	18	52	8	16
Palmier N°7	28	31	17	12
Palmier N°8	13	26	8	5
Palmier N°9	9	15	8	12
Palmier N°10	20	16	8	16
Palmier N°11	12	25	16	13
Palmier N°12	23	30	12	12
Palmier N°13	22	21	15	14
Palmier N°14	37	18	15	12
Palmier N°15	19	16	10	13
Palmier N°16	20	16	6	5
Palmier N°17	22	7	15	9
Palmier N°18	47	8	16	8
Palmier N°19	43	9	15	24
Palmier N°20	9	30	7	10
Nombre moyenne par palmier	24.3	21.15	11.3	13.65

Le tableau IV.1 montre que les palmes ont le plus grand nombre de déchets répartis entre 9 et 51, avec une moyenne de 24,3 par palmier, puis, le pétiole possède un nombre de déchets compris entre 7 et 52, avec une moyenne de 21,15 par palmier, suivi du pédoncule du régime qui présente un nombre de déchets compris entre 7 et 24, avec une moyenne de 11,3 par palmier.

IV.2.2 Proportion du nombre de différents déchets générés par palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

La Figure IV.1 montre la proportion du nombre de chaque type de déchets par palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.).

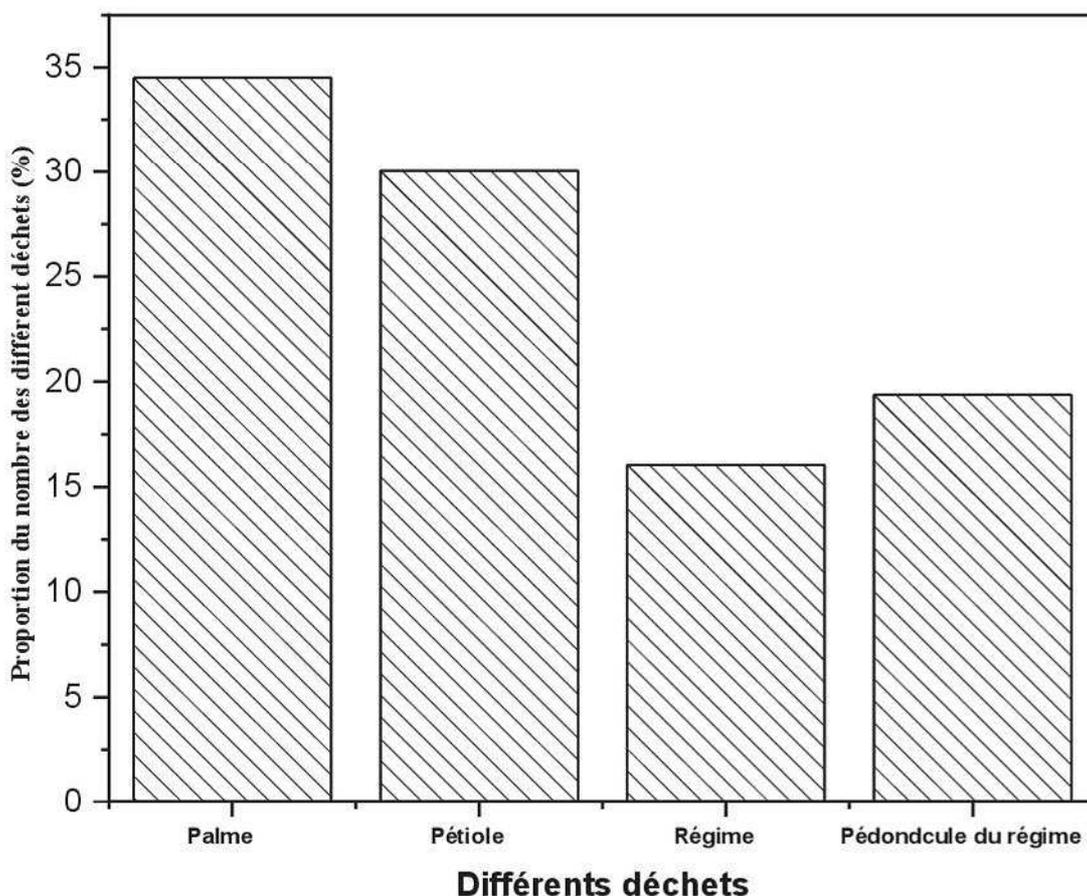


Figure IV. 1: Proportion du nombre de chaque type de déchets par palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

La figure IV.1 montre que la proportion de palmes et de pétioles est de 34,51% et 30,05% respectivement, ils sont plus importants par rapport aux autres déchets, Par ailleurs, la proportion de régimes (16,05%) est un peu moins importante par rapport aux pédoncules de régime (19,38%) : cela est dû à l'opération de ciselage qui permet d'éliminer un certain nombre de régimes pour assurer un meilleur développement des dattes.

IV.2.3 Masse totale des différents déchets générés par palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

Le poids total de chaque type de déchet de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est basé sur la pesée de chaque déchet pour chaque palmier (le tableau IV.2).

Tableau IV. 2: Masse totale des différents déchets générés par palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

	Masse totale (kg)						Poids total
	Palme	Pétiole	Régime	Pédoncule du régime	Spathe	Fibrilium	
Palmier N°1	25	9	6	5,5	4	3	52,5
Palmier N°2	21	5	4	5	4	3	42
Palmier N°3	25	8,5	6,5	4	1,8	1,1	46,9
Palmier N°4	25,5	5	6	4	2	0,7	43,2
Palmier N°5	17	6	4	2,2	2	1,5	32,7
Palmier N°6	22	11	3,5	3,9	2,2	2,5	45,1
Palmier N°7	32	9	11	3	2,6	2,5	60,1
Palmier N°8	23	5,8	2	1	2,5	1,2	35,5
Palmier N°9	6	4	2	1,8	1	1,2	16
Palmier N°10	20	8	4	4	3	3	42
Palmier N°11	11,115	6,34	6,28	1,795	1,29	1,89	28,71
Palmier N°12	24,555	14,8	4,15	1,87	1,61	1,45	48,435
Palmier N°13	16,32	6,43	4,51	3,27	1,27	2,1	33,9
Palmier N°14	26,91	6,82	4,635	1,85	1,32	1,475	43,01
Palmier N°15	15,3	3,46	3,245	1,66	0,76	0,985	25,41
Palmier N°16	11,8	5,7	2	1,6	2,2	1,8	25,1
Palmier N°17	40,6	2,3	5	1,8	1	1,4	52,1
Palmier N°18	43	1,95	5,28	1,7	2	1,8	55,73
Palmier N°19	45	2,5	4	4,7	2	0,875	59,075
Palmier N°20	10,1	8,1	2	1	0,4	0,31	52,5
Pois total moyenne par palmier	23,06	6,485	4,505	2,782	1,947	1,689	40,469

Le tableau IV.2 montre que le poids total de palmes varie entre 6 et 45 kg, avec une moyenne de 23,06 kg par palmier, le poids total de pétiole varie entre 1.950 et 14.8 kg, avec une moyenne de 6.485 kg, le poids total de régime varie entre 2 et 11 kg, avec une moyenne

de 4.505 kg, le poids total de pédoncule du régime varie entre 1 et 5.5 kg, avec une moyenne de 2.782 kg, le poids total de spathe varie entre 0.400 et 4 kg, avec une moyenne de 1.947 Kg et le poids total de fibrilium varie entre 0,310 et 3 kg, avec une moyenne de 1.689 kg. Le tableau IV.2 montre également que le poids total des déchets varie entre 16 et 59,075 kg, avec une moyenne de 40,469 kg par palmier. Les résultats montrent également que le poids total des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) varie entre 16 et 59,075 kg, avec une moyenne de 40,469 kg par palmier.

Les palmes constituent le déchet dominant, ceci s'explique par le fait que cette partie du palmier constitue la frondaison de l'arbre qui joue un rôle capital pour son développement (photosynthèse) et sa protection [141].

IV.2.4 Proportion du poids de différents déchets générés par palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

Le figure IV.2 montre les proportions du poids des six déchets phoenicoles générés par palmier.

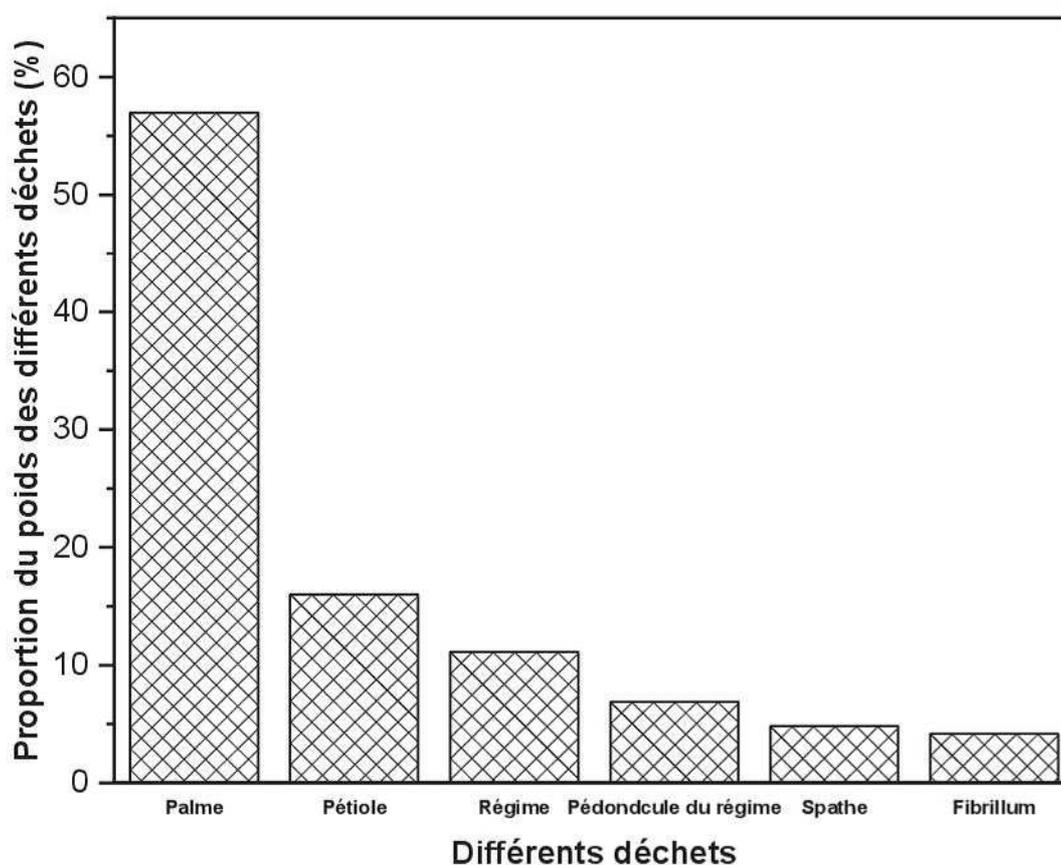


Figure IV. 2: Proportion du poids des différents déchets générés par palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

A partir de la figure IV.2, il apparaît que la palme représente la partie dominante des déchets phoénicoles ; elle est estimée en moyenne à 56,98%, la partie qui suit est le pétiole dont la proportion est estimée en moyenne à 16,02%, puis le régime et son pédoncule dont la proportion est de 11,13 et 6,87, respectivement. Enfin la partie la plus faible est représentée par la spathe et le fibrilium avec une proportion estimée en moyenne à 4,81 et 4,17 % respectivement.

Ceci nous conduit à indiquer que la partie phoénicoles la plus intéressante quantitativement est la palme et le pétiole 73%, suivie par le régime et son pédoncule 18%, et enfin la partie spathe et fibrilium qui ne constitue que 8,98% de la biomasse phoénicoles.

IV.2.4 Evaluation du poids total des déchets générés par la variété de Takarboucht dans la région d'Adrar

La variété Takarboucht de la région d'Adrar est parmi les variétés dominantes avec un nombre de 176 115 palmiers (DSA, 2019)[6].

Selon le poids moyen des sous-produits du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) générés par le palmier, estimé à 40,469 kg/palmier/an, dans l'oasis d'Oulad Aissa d' Adrar, le poids des déchets produits annuellement par la variété Takarboucht dans la Wilaya d'Adrar est approximativement estimé à 7 127 198 tonnes/an (tableau IV.3).

Tableau IV. 3: Evaluation des potentiels sous-produits phoénicoles dans la région d'Adrar

Variété	Masse totale de sous-produits phoénicoles (par palmier en kg)	Nombre de palmier	Quantités totale (tonne)
Takarboucht	40,469	176 115	7 127 198

IV.3 Caractérisation des différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

IV.3.1 Caractérisation chimique des différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.)

Les principaux paramètres chimiques des différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) ont été analysés et sont présentés dans les tableaux ci-dessous (Tableau IV. 4).

Tableau IV. 4: Caractérisation chimique des différents déchets du palmier dattier

	MS (%)	MO (%)	Cendre (%)	C _{Org} (%)	N _{KJ} (%)	C/N
Palme	94,327	91,868	9,429	53,412	2,736	20
Pétiole	92,905	81,288	18,711	47,260	1,392	33
Régime	95,024	97,506	2,493	56,689	1,344	42
Pédoncule du régime	94,389	97,234	2,765	56,531	1,024	55
Spathe	94,305	98,009	1,99	56,982	3,328	17
Fibrilium	95,047	94,826	5,173	55,131	1,76	30
Mélange	95,405	89,389	10,61	51,970	2,112	25

a) MS

Le taux de MS des six types de déchet de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et leur mélange sont accessibles dans le tableau IV.4. La teneur en MS est presque la même pour toutes les différentes parties du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), elle est d'environ 93%. Ce pourcentage relativement élevé est dû à l'exposition des différentes parties du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) au séchage à l'air. La teneur en matière sèche des différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) sont comparables aux résultats rapportés par Bousdira et al. [142] pour les différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) variétés Deglet Nour et Ghars et par Djaafri et al. [12] pour les folioles séchées de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) variétés H'mira.

b) Cendre

Sur la base des valeurs de cendres du tableau IV.4, nous avons constaté que les pétioles ont le taux le plus élevé par rapport aux autres types de déchets, où nous avons enregistré le taux de 18% pour le pétiole et 9 et 1% pour la palme et la spathe respectivement. Par contre, les trois autres types de déchets, à savoir le régime, le pédoncule du régime et le fibrilium, avaient un taux moyen de 3,5 %. Ce paramètre dépend de plusieurs facteurs, notamment les conditions de croissance des plantes, la situation géographique, le rayonnement solaire, la composition de l'eau utilisée pour l'irrigation, la fertilisation, la qualité du sol et la variété des palmiers dattiers (*Phoenix dactylifera* L.) [142], [143]. Le taux élevé de cendres dans la palme et le pétiole s'explique par le fait que la palme, étant le feuillage de l'arbre, est le milieu où se déroule le métabolisme photosynthétique [142].

c) MO

Le taux de MO est utilisé pour évaluer les productions biométhanogènes spécifiques des substrats. Le taux de MO pour la palme, la spathe et le régime et son pédoncule est relativement élevé avec une moyenne estimée à environ 95%, alors que, il était relativement plus faible pour le pétiole (81%). Des résultats similaires ont été observés dans d'autres études où la pétiole présentait la plus faible teneur en MO, soit 86 % par rapport au folioles, rachis et fibrilium [144] et similaires à celles rapportées par Khiar et al. [143] pour les rachis du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) (95 %) et par Djaafri et al. [12] pour les folioles du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) (86 %) et par Khristova et al. [145] pour les rachis et les folioles du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) 94.4 % et 90.4 %, respectivement et par Bendahou et al [146] pour les rachis et les folioles du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) 97.5 % et 93.5 %, respectivement. La concentration et la nature de la matière organique déterminent le potentiel méthanogène des substrats [78].

d) Rapport carbone/azote (C/N)

Le rapport carbone/azote (C/N) est également important pour la stabilité du processus de digestion anaérobie. Gunaseelan. [147] a signalé que le rapport C/N compris entre 20 et 30 représentaient des valeurs critiques pour la stabilité de processus de digestion anaérobie. Dans le cas de notre étude, les rapports C/N sont de l'ordre de 20 et 25 pour la palme et le mélange des différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), respectivement qui sont considérés comme optimaux pour la digestion anaérobie.

Les analyses élémentaires des différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) de la variété Takarbocht sont présentées dans le (Tableau IV.5).

Tableau IV. 5: Analyse élémentaire de différent déchet de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) [1].

	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)	O (%)
Palme	41.09	5.47	0.76	0.22	34.49
Pétiole	45.04	5.56	0.38	0.15	38.31
Régime	46.06	5.93	0.34	0	42.68
Pédoncule du régime	45.68	5.75	0.27	0.08	40.04
Spathe	45.59	5.77	0.93	0.06	40.20
Fibrilium	45.39	5.62	0.49	0.07	39.35
Mélange	44.27	5.59	0.38	0.07	35.95

Comme nous pouvons le voir, le taux de carbone varie de 41.09% (cas de la palme) à 46.06 % (cas du régime) ; le taux d'hydrogène varie de 5.47% (cas du palme) à 5.93 % (cas du régime) ; le taux d'azote varie de 0.27% (cas du pédoncule de régime) à 0.93 % (cas du spathe) ; le taux de soufre varie de 0.06% (cas du spathe) à 0.22 % (cas du palme) et le taux d'oxygène varie de 34.49% (cas du palme) à 42.68 % (cas du régime). Ces concentrations obtenues sont comparables aux résultats rapportés par Bousdira et al. [142] où les déchets de palmier (*Phoenix dactylifera* L.) variété Deglet Nour contiennent 44,74 % C ; 5,9 % H ; 0,172 % N ; 35,22 % O. Le carbone, l'hydrogène, l'azote, l'oxygène, soufre et le phosphore sont généralement considérés comme les éléments principaux de la biomasse cellulaire, et sont, par conséquent, susceptibles d'influer sur la croissance microbienne et sur la biométhanisation et le rendement en méthane. L'azote, le phosphore et le soufre se combinent avec le carbone, l'oxygène et l'hydrogène pour former un grand nombre de molécules pour assurer la plupart des fonctions vitales des microorganismes [78], [148]. L'azote participe à la formation des acides nucléiques et acides aminés ; le phosphore participe à la formation des acides nucléiques et des phospholipides et soufre intervient principalement dans la composition de certains acides aminés (cystéine et méthionine), de vitamines (thiamine, biotine, acide lipoiqque) et de coenzymes-A [148].

IV.3.2 Caractérisation biochimique des différents déchets du palmier dattier

Le tableau IV.6 présente les compositions biochimiques des différents types de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.).

Tableau IV. 6: Composition biochimique de différent déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) [1].

	Palme	Pétiole	Régime	Pédoncule du régime	Spathe	Fibrilium	Mélange
Glucose (%)	34.9 ± 1.2	29.4 ± 5.7	31.3 ± 0.3	35.3 ± 1.8	31.2 ± 4.7	30.5 ± 3.7	28.9 ± 5.9
Xylose (%)	10.3 ± 0.1	9.6 ± 1.0	6.3 ± 0.7	6.3 ± 0.7	7.9 ± 0.4	8.8 ± 1.1	7.1 ± 0.2
Lignine soluble (%)	2.9 ± 0.4	3.3 ± 1.1	2.7 ± 0.4	2.7 ± 0.4	1.3 ± 0.4	2.7 ± 0.5	1.2 ± 0.3
Lignine insoluble (%)	16.3 ± 1.6	20.0 ± 2.6	27.1 ± 3.8	27.1 ± 3.8	17.7 ± 2.1	27.0 ± 5.2	27.0 ± 2.0
Cendre (%)	6.7 ± 0.1	1.0 ± 0.2	2.1 ± 0.3	2.1 ± 0.3	1.2 ± 0.0	2.7 ± 0.2	3.9 ± 0.2
Protéine (%)	17.1 ± 1.5	8.7 ± 1.2	8.4 ± 0.9	8.4 ± 0.9	20.8 ± 2.2	11.0 ± 1.1	13.2 ± 0.7
Extractives, matières grasses, Lipids	13.2 ± 0.7	28.1 ± 0.7	22.3 ± 1.6	22.3 ± 1.6	19.9 ± 0.4	17.4 ± 1.0	18.7 ± 0.4

Note : Les valeurs sont exprimées en moyenne et en écart-type.

De manière générale, les différents types de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) sont composés de 30 à 45 % d'un constituant cellulosique, plus précisément de cellulose et d'hémicellulose, qui comprend du glucose, du fructose et de la xylose. La proportion supplémentaire est constituée de lignine, de protéines et de sucres non structuraux. La cellulose est considérée comme l'un des principaux sucres fermentescibles et représente environ 30 % de la teneur en MS du palme, du pétiole, du régime, de pédoncule du régime, de la spathe, du fibrilium et d'un mélange des différents types de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), ce qui prouve qu'ils peuvent être utilisés comme matière première lignocellulosique pour la récupération des sucres fermentescibles et la digestion anaérobie.

La lignine est attachée à la cellulose et à l'hémicellulose et joue un rôle important dans la rigidité et la structure de la paroi cellulaire de la biomasse lignocellulosique. Elle

représente une barrière qui limite les possibilités pour les microbes anaérobies de produire ses monomères sous forme de sucres fermentescible. Plus la teneur en lignine augmente, plus la résistance de la biomasse à la dégradation augmente également[4]. Au cours du processus de production biochimique de méthane, après une période spécifique, les sucres fermentescibles étaient librement disponibles pour les micro-organismes afin de soutenir leur croissance et leurs activités métaboliques pour augmenter la production de méthane. Ces sucres fermentescibles librement disponibles peuvent être libérés en raison de la dégradation de la barrière de lignine et d'autres constituants tels que l'hémicellulose et la cellulose, qui ne sont pas facilement accessibles aux microbes anaérobies[1]. Parmi tous les différents déchets du palmier dattier, les pédoncules de régime contiennent une plus grande quantité de lignine soluble ($4,0 \pm 0,8\%$), la plus faible teneur en lignine soluble a été observée dans le cas du mélange de différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) ($1,2 \pm 0,3\%$). Les informations détaillées concernant la teneur en lignine soluble de tous les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) sont fournies dans le tableau IV.6. En outre, le fibrilium, régime et mélange de différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) contiennent une plus grande quantité de lignine insoluble (environ 27%), Figure IV.3. La communauté microbienne doit faire plus d'efforts pour dégrader les échantillons de biomasse riches en lignine pendant la production de méthane [1]. Les biomasses, qui contiennent moins de lignine, sont très accessibles à la communauté microbienne et converties en sucres fermentescibles libres [1].

La spathe avait la teneur en protéines la plus élevée ($20,8 \pm 2,2\%$), le pédoncule avait la teneur en protéines la plus faible ($6,4 \pm 0,5\%$) par rapport aux autres déchets du palmier dattier. En outre, le pétiole et de palme ont montré la teneur en matières grasses et lipides la plus élevée ($28,1 \pm 0,7 \%$) et la plus faible ($13,2 \pm 0,7 \%$), respectivement. D'après la littérature, il est évident que les fractions de glucides, de protéines et de lipides influenceront fortement la production de méthane [149] .

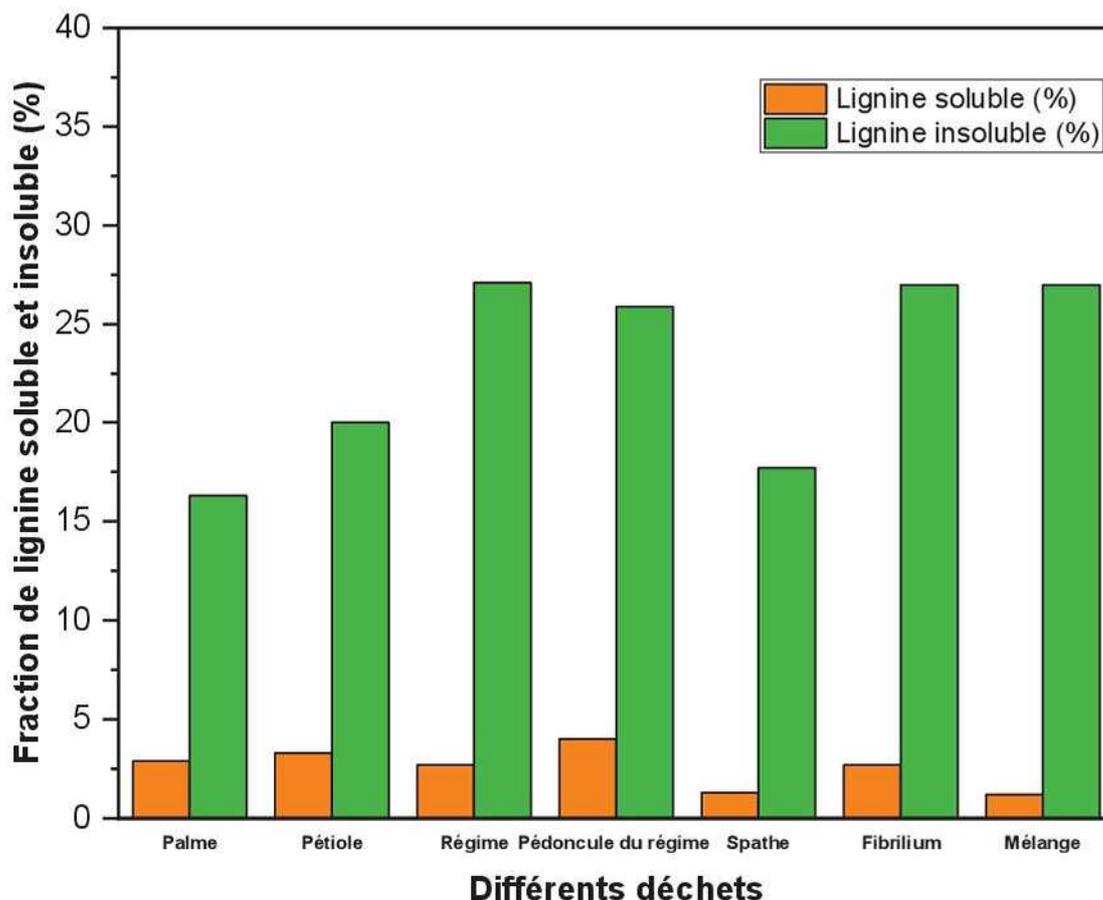


Figure IV. 3: Fraction de lignine soluble et de lignine insoluble de différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*)

IV.4 Etude de la digestion anaérobie du mélange de différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*)

Cette partie évalue les impacts des prétraitements hydrothermaux (120 °C pendant 30 min), acide dilué (2% (p/p) H₂SO₄ à 120 °C pendant 30 min) et alcalin (6% (p/p) NaOH à 35 °C pendant 24 h) sur le rendement en méthane d'un mélange de différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) du cultivar Takarboucht.

IV.4. 1 Effets de différents prétraitements sur les caractéristiques des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*)

IV.4.1.1 Demande chimique en oxygène soluble (DCOs)

Les processus de prétraitement acide dilué, alcalin et hydrothermique ont été appliqués pour améliorer la biodégradabilité des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) en libérant la fraction organique soluble qui est représentée par DCOs (Figure IV.4).

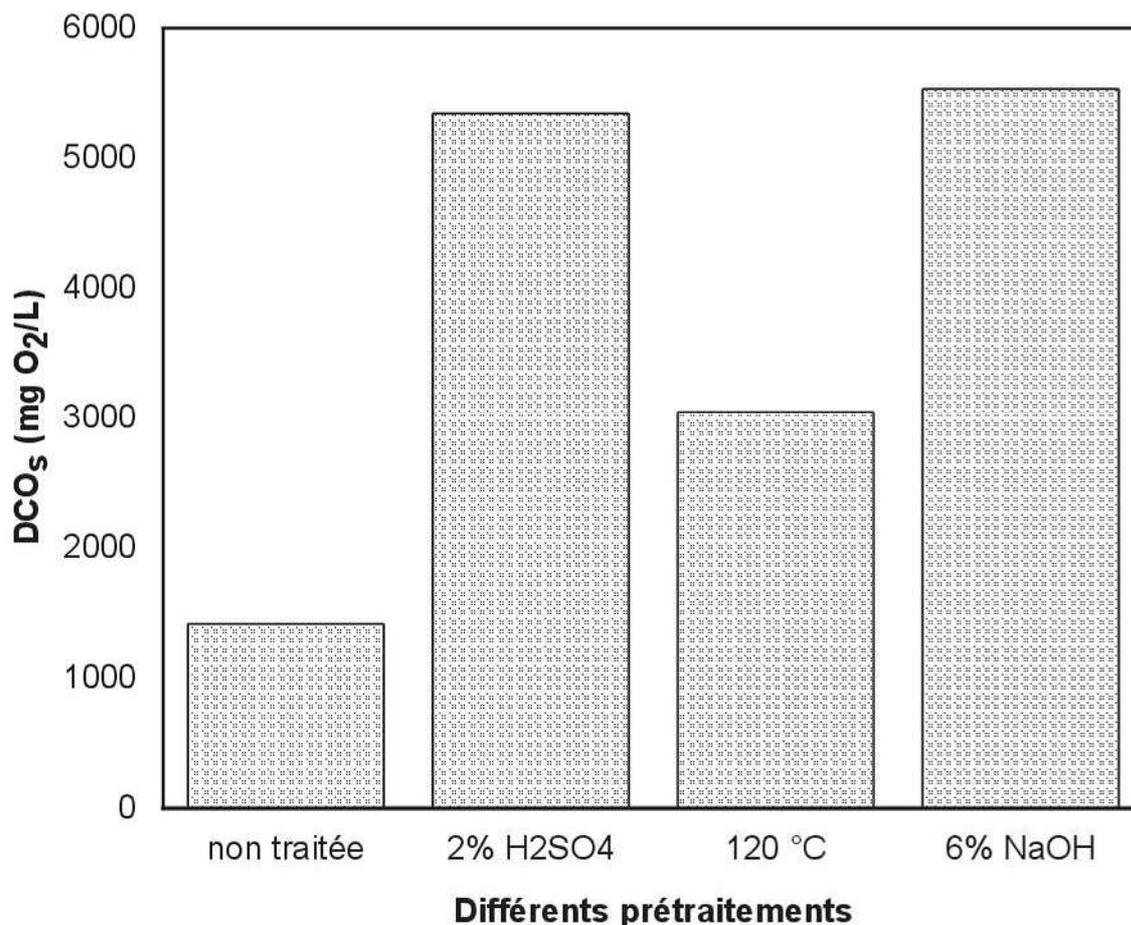


Figure IV. 4: DCOs des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités et non traitée

Comme le montre la figure IV. 4, la concentration en DCOs était significativement plus élevée après les conditions de prétraitement appliquées que les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) non traités. La plus grande libération de DCOs a été obtenue avec un prétraitement au NaOH à 6% (p/p) (289%). Elalami et al. [150] ont étudié l'effet du prétraitement alcalin sur les noyaux d'olive et ont rapporté que la solvatisation et la saponification étaient induites par la présence de réactifs alcalins, entraînant une meilleure solubilisation. De plus, les réactifs alcalins perturbent la matrice lignocellulosique et provoquent la libération de composés phénoliques et de sucres. Yunqin et al. [151] ont également indiqué que la DCOs augmente après le prétraitement à l'hydroxyde de sodium appliqué aux boues de pâte à papier et de papier en raison de l'hydrolyse de la matière organique complexe. Une amélioration allant jusqu'à 273% de la DCOs a été obtenue avec un prétraitement à 2% (H₂SO₄) à 120°C. Perendeci [152] a optimisé le prétraitement acide sur des résidus de serres et a indiqué que la DCOs augmente jusqu'à 75% avec 2,59% de

H_2SO_4 et $100^\circ C$ en raison de la solubilisation des hémicelluloses (oligomères) en monomères. De plus, le DCOs a augmenté de 112% pendant le prétraitement hydrothermique. Cela indique que l'hémicellulose a été dégradée en fraction soluble [136].

IV.4.1.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La variation de la composition chimique en termes de groupe fonctionnel du cultivar Takarboucht traité et non traité a été étudiée par analyse IRTF, Figure.IV.5 et tableau IV.7.

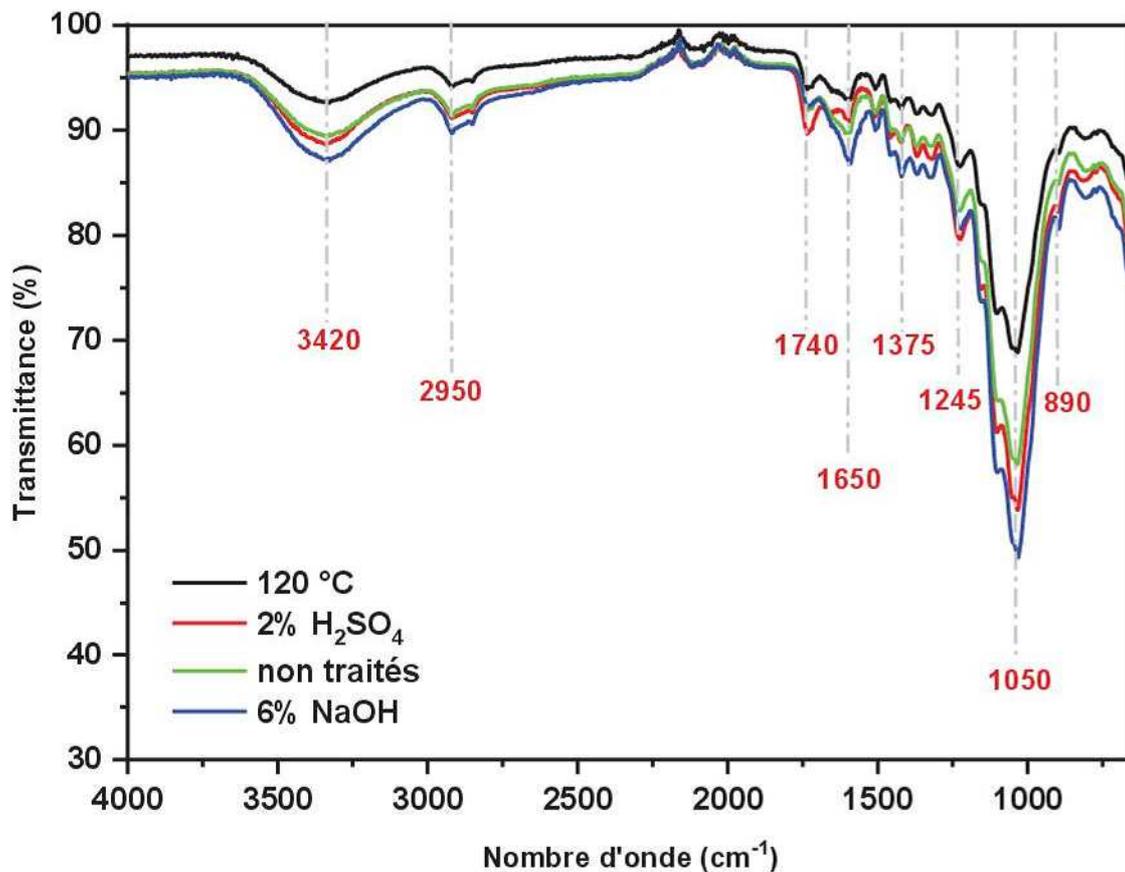


Figure IV. 5: Graphe IRTF des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) traités et non traités.

Tableau IV. 7: Correspondance des pics dans les spectres IR des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) non traités et traités

Nombre d'ondes (cm⁻¹)	Groupe fonctionnel	Assignment
3420	Elongation-OH	Cellulose et des hémicelluloses
2920	Elongation C-H	Lignine
1740	Elongation C=O de l'acétyle ou de l'acide carboxylique	Hémicellulose et lignine
1640	Elongation C=C du cycle aromatique	Lignine
1510	Elongation C=C du cycle aromatique	Lignine
1375	Vibration de déformation C-H aliphatique ou la flexion C-H	Cellulose
1315	Ondulation C-H ₂	Cellulose
1159	Elongation asymétrique C-O-C	Cellulose
1050	Déformation C-O	Hémicellulose et cellulose
890	Etirement asymétrique hors phase de l'anneau dans la cellulose amorphe	Cellulose II

Le pic près de la position de la bande 3422 cm⁻¹ indique une élongation du groupe hydroxyle (groupes -OH) de la cellulose et des hémicelluloses [14]. La diminution de l'intensité des bandes des déchets du palmier dattier prétraités à 120°C pendant 30 minutes peut être observée et il est évident que le prétraitement a ses effets sur les déchets du palmier dattier, ce qui a entraîné une diminution des groupes fonctionnels [14]. Le pic à environ 2940 cm⁻¹ correspondant à une élongation C-H de la lignine [153]. La diminution de l'intensité dans cette région indique la dégradation de la lignine due au prétraitement hydrothermique. Le pic à la position 1740 cm⁻¹ est associé à une élongation C=O de l'acétyle ou de l'acide carboxylique qui signifie la présence d'hémicelluloses et de lignine [154]. L'intensité de ce pic a diminué après le prétraitement hydrothermique, en raison de la solubilisation de la lignine et de l'hémicellulose. De plus, Des pics sont observés à la position 1650 et autour de 1510 cm⁻¹ dans le spectre correspondant à une élongation C=C du cycle aromatique dans la lignine [14], [113]. Ce type de bandes diminue, ce qui indique que la fraction de lignine a été solubilisée pendant le prétraitement à l'acide dilué. De plus, les pics à environ 1375, 1315

et 1159 cm^{-1} représentent la vibration de déformation C-H aliphatique ou la flexion C-H, l'ondulation C-H₂ et l'élongation asymétrique C-O-C respectivement [154]. Les intensités de ces bandes ont diminué dans cette région en raison de la dégradation de la cellulose lors du prétraitement hydrothermique. La bande à 1050 cm^{-1} est caractéristique de la déformation C-O de la cellulose et de l'hémicellulose [155], tandis que les bandes autour de 898 cm^{-1} sont attribués à la région amorphe dans la cellulose [111]. Après le prétraitement hydrothermique, l'intensité de ces pics diminue, ce qui signifie que la cellulose solubilisée.

IV.4.2 production quotidienne de méthane

La figure IV.6 représente la production quotidienne en méthane des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) prétraités et non traités pendant 20 jours de la digestion anaérobie.

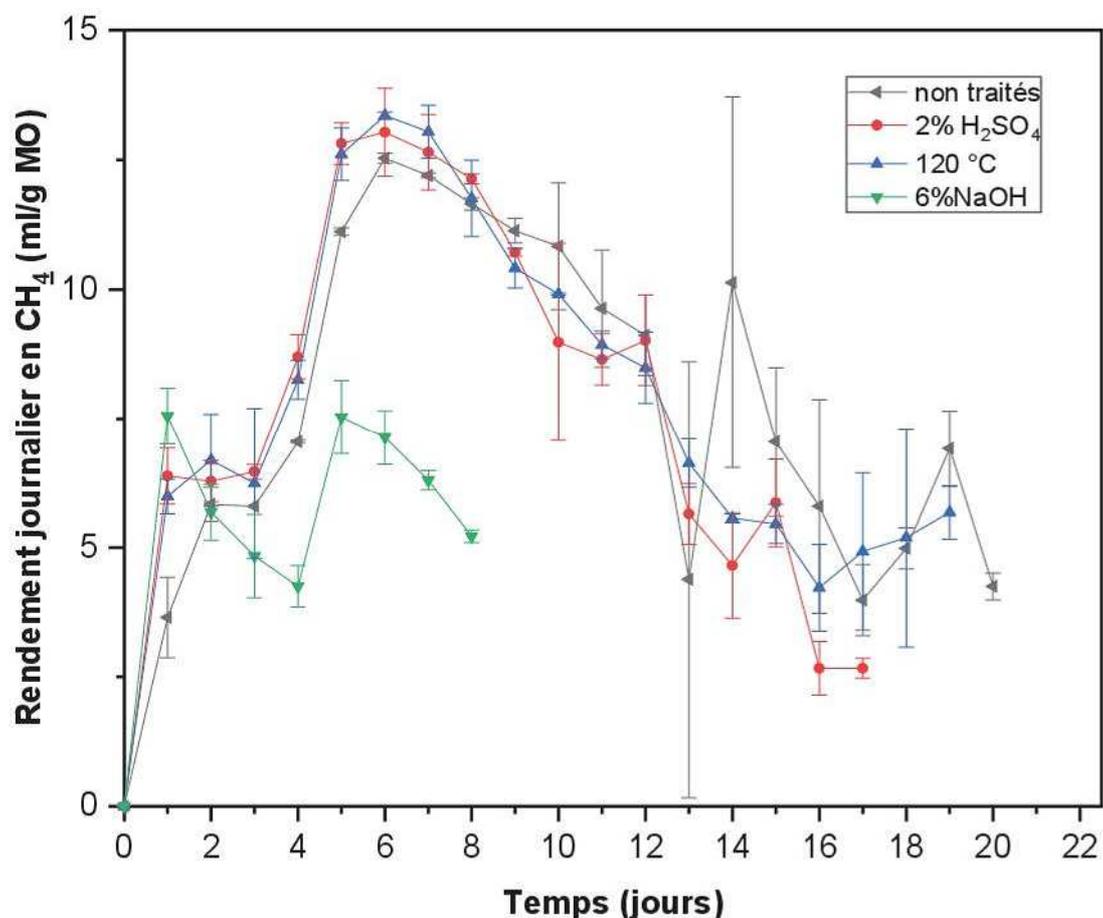


Figure IV. 6: Production journalier en méthane sous différents prétraitements

La production quotidienne en méthane a augmenté de manière significative au cours des 24 premières heures pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) prétraités au NaOH, au H₂SO₄ et par voie hydrothermique, atteignant 7,55, 6,38 et

5,98 mL/g MO, respectivement, alors que les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) non traités ont atteint 5,83 ml/g MO le 2^{ème} jour. La production initiale élevée de méthane pendant les 1^{er} et 2^{ème} jours était due à la digestion préférentielle des matières organiques facilement biodégradables comme les carbohydrates [156]. Le même phénomène est observé dans d'autres études [157]. Une diminution temporaire de la production quotidienne en méthane entre les jours 2^{ème} et 3^{ème} est liée à la dissipation de la matière organique facilement biodégradable pour la dégradation microbienne [158]. Cependant, après une période d'acclimatation des bactéries hydrolytiques, une solubilisation plus poussée du substrat a conduit à une augmentation de la production quotidienne en méthane des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités par voie hydrothermique, au H₂SO₄ et non traités, pour atteindre leurs valeurs maximales de 13,35, 13,05 et 12,53 ml/g MO, respectivement, au 6^{ème} jour. Ce résultat est en bon accord avec Pang et al [61], Yao et al [158] et Zheng et al [115]. Lorsque la majeure partie de la matière organique est consommée, la production journalière en méthane des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités par voie hydrothermique, traités au H₂SO₄ et non traités, diminue jusqu'à 5,67, 4,25 et 2,66 ml/g MO, respectivement. Les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) prétraités au NaOH ont montré une baisse de la production journalière en méthane et la digestion a cessé le 8^{ème} jour. Cela peut être lié à la présence d'ions Na⁺ élevés [11]. Une autre possibilité pourrait être due à l'inhibition du furfural et HMF résultant de la solubilisation de sucre [47] qui inhibe les bactéries méthanogènes.

IV.4.3 Rendement cumulé en méthane

Les courbes de rendement cumulatif en méthane des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) non traités, traités par voie hydrothermique et traités par H₂SO₄ ont augmenté au cours des six premiers jours, puis ont progressivement augmenté jusqu'à atteindre 161,86, 153,35 et 141,65 ml/g MO, respectivement, le jour 20, tandis que les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités par voie alcaline ont entraîné une augmentation du rendement cumulatif en méthane au cours des deux premiers jours, puis ont progressivement augmenté jusqu'à atteindre 50,78 ml/g MO le jour 8, comme le montre la figure IV.7.

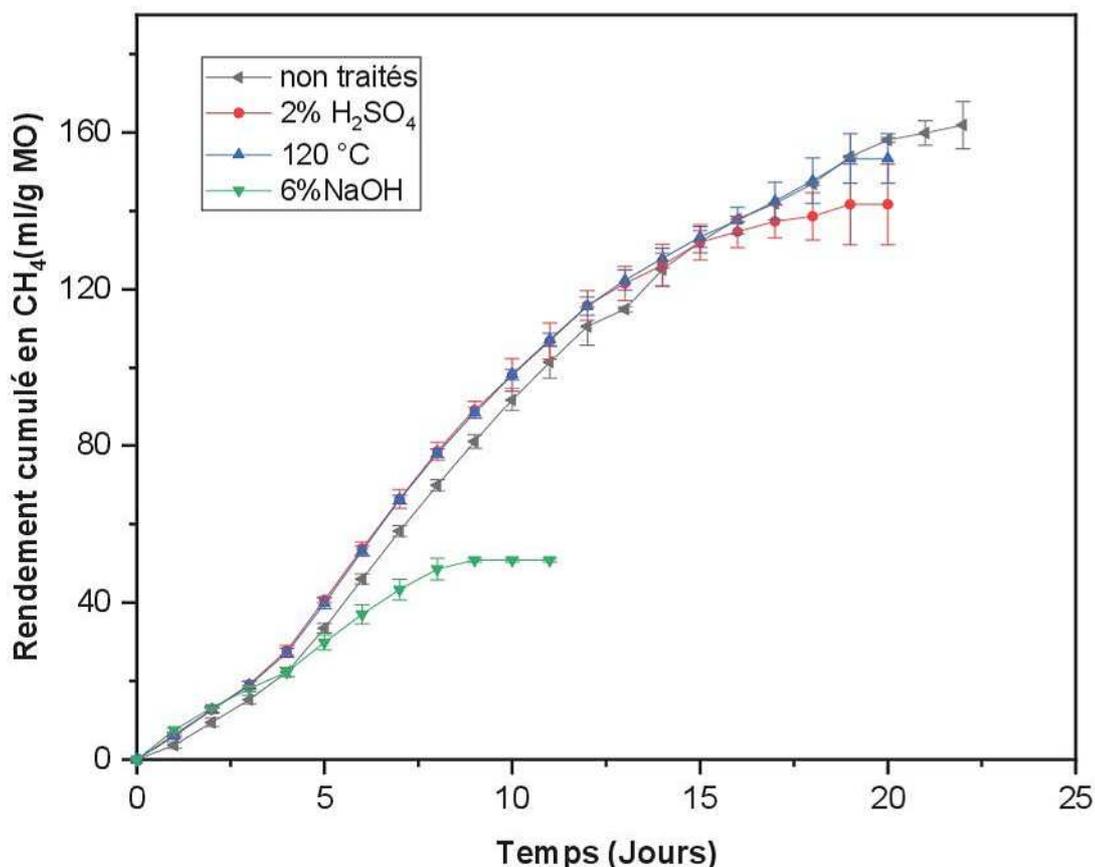


Figure IV. 7 : Rendement cumulé en méthane sous différent prétraitement.

Une diminution du rendement en méthane accumulé a été observée pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités hydrothermiquement par rapport aux déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) non traités. Contrairement à d'autres études, où le prétraitement hydrothermique a été efficacement effectué pour augmenter le rendement en méthane. Hashemi et al. [100] ont constaté que le prétraitement de la paille de carthame à 120 °C pendant 60 minutes entraîne une amélioration de 98,5 % du rendement en méthane accumulé par rapport au non-traité. Le rendement le plus élevé en méthane (144,96 Nml CH₄/ g DCO) a été obtenu par Eduardo et al. [99] lorsque des coques de café ont été traitées hydrothermiquement à 120 °C pendant 60 minutes. Dans cette étude, une diminution du rendement en méthane a été observée après le prétraitement hydrothermique des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), ceci peut être causé par le furfural, résultant de la solubilisation de l'hémicellulose qui a inhibé les bactéries productrices de méthane [159]. Ferreira et al. [104] ont observé une diminution du rendement en méthane de la paille de blé prétraitée à 150 °C pendant 15 minutes par rapport à la paille non traitée, en raison de la formation possible des composants inhibiteurs. Par conséquent, il est

nécessaire d'optimiser le prétraitement hydrothermique effectué sur les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) pour obtenir des conditions de prétraitement optimales.

Une diminution du rendement en méthane accumulé après un prétraitement à l'acide dilué par rapport aux déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) non traités pourrait être liée à la dégradation des polysaccharides en furfural et en HMF entraînant l'inhibition des microorganismes méthanogènes [160]. Des résultats comparables ont été rapportés dans l'étude précédente. Antonopoulou et Lyberatos [120] ont étudié l'impact du prétraitement à l'acide dilué (0,1-2% H_2SO_4 p/v, 120 °C et 1 h) sur la production de méthane à partir de sorgho sucré et ont constaté une diminution de la production de méthane avec l'augmentation de la concentration d'acide sulfurique (0,5-2%) en raison du HMF et du furfural libéré pendant la déshydratation des hexoses et des pentoses, respectivement. Gaballah et al. [160] ont constaté qu'il n'y avait pas de variations importantes dans le rendement en biogaz de la paille de colza non traitée et prétraitée avec de l'acide dilué (2% H_2SO_4 , 130 °C et 20 min), ce qui pourrait être lié à l'inhibition produite pendant la dégradation de la lignine, de l'hémicellulose et de la cellulose. La température élevée de la réaction pendant le prétraitement à l'acide dilué entraîne la détérioration des polysaccharides en furfural et HMF, ce qui inhibe les micro-organismes de fermentation et diminue le rendement total en sucre [161]. Il est donc nécessaire d'optimiser le prétraitement à l'acide dilué effectué sur les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) pour trouver les conditions optimales de prétraitement.

Le prétraitement alcalin des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) a montré une diminution plus importante du rendement cumulé en méthane, ce qui pourrait être associé à une concentration élevée de NaOH (dans cette étude, 6 % (p/p) de NaOH était responsable d'une concentration de Na^+ de 6 g/l) pourrait être attribuée à une concentration accrue d'ions Na^+ , comme l'ont rapporté Kang et al. [162]. Certaines études antérieures ont rapporté que la concentration de Na^+ de 3,5 à 5,5 g/l inhibe l'activité des méthanogènes à des températures mésophiles [162]. Une autre explication possible due à la grande quantité des substances inhibantes telles que le furfural, le HMF qui inhibent la méthanogénèse [163]. Zhu et al. [20] ont observé que les cannes de maïs prétraitées avec 7,5 % de NaOH provoquaient une inhibition de la méthanogénèse. Ainsi, il est nécessaire d'optimiser le prétraitement alcalin effectué sur les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) afin de trouver les conditions optimales de prétraitement.

IV.4.4 Effet du prétraitement sur le rendement cumulé en méthane

Le tableau IV.8 présente une comparaison de l'effet des différents prétraitements sur le rendement en méthane des déchets lignocellulosiques.

Tableau IV. 8: Sommaire de l'effet des différents prétraitements sur le rendement en méthane de déchets lignocellulosique

Substrat	Conditions de prétraitement	Rendement en méthane (ml/g MO)	Référence
Déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.)	120 °C, 30 min	153,35	Cette étude
	2% H ₂ SO ₄ , 120 °C, 30 min	141,65	
	6%NaOH, 35 °C, 24 h	50,78	
		Non traités :	
		161,86	
Paille de blé	150 °C, 15 min	185	[104]
Bagasse de canne à sucre	150 °C, 40 min	358	[164]
Paille de blé	150 °C, 40 min	212	[164]
Paille de maïs	2% HCl, 48 h ,75 °C	175	[114]
	8% NaOH, 60 h, 60 °C	163.5	[114]
Paille de riz	1.0% HCl, 48 h ,75 °C	287	[163]
	2% NaOH, 60 h, 60 °C	193,2	[163]
Palme	20% NH ₄ , 6h, 60°C	295,9	[16]
	20% H ₂ SO ₄ , 6h, 60°C	276,5	[16]
	60 °C, 6h	256,46	[16]
		Non traité :	[16]
		241.55	
Pétiole	20% NH ₄ , 6h, 60°C	226,74	[16]
	20% H ₂ SO ₄ , 6h, 60°C	201,1	[16]
	60 °C, 6h	200,45	[16]
		Non traité :	[16]
		166,25	

Parmi tous les prétraitements, le prétraitement hydrothermique a montré le plus haut rendement de méthane accumulé de 153, 35 ml/g MO, suivi par les déchets du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) traités à l'acide (141,65 ml/g MO) comme représenté dans le

tableau IV.8. Une diminution de 8 % du rendement en méthane a été obtenue pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités à l'acide par rapport aux déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités par voie hydrothermique, en raison de la forte inhibition générée pendant le prétraitement à l'acide. Dans des études précédentes, Kim et al [22] ont indiqué que le rendement le plus élevé en méthane a été obtenu avec de la paille de riz traitée thermiquement à 120°C pendant 60 minutes, tandis que le rendement le plus faible en méthane a été obtenu avec de la paille de riz traitée à l'acide avec 2% de H₂SO₄, en raison de l'inhibition des microorganismes méthanogènes. Le rendement de méthane pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités à l'alcalin était de 50,78 ml/g MO, tandis que pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) traités à l'acide diluée le rendement de méthane était de 141,65 ml/g MO, soit 64% de plus que les déchets du palmier dattiers traités à l'alcali. Cela peut être dû à la présence d'une concentration élevée d'ions Na⁺ [20]. Une autre explication possible est que la concentration élevée de NaOH a provoqué l'inhibition en raison de la solubilisation de la lignine [163] qui inhibe les bactéries méthanogènes. Wang et al. [163] ont observé que le prétraitement alcalin de la paille de riz à 2% (p/p) de NaOH a donné le plus faible rendement en méthane de 193,2 ml/g de MO en raison de l'inhibition générée par la solubilisation de la lignine, tandis que le prétraitement acide avec 1% de HCl a donné le rendement le plus élevé en méthane de 287 ml/g MO, qui était 43,89% meilleur que le prétraitement au NaOH. Song et al. [114] ont trouvé que la paille de maïs prétraitée avec 2% de H₂SO₄ a donné le rendement le plus élevé de méthane, 175 ml/g MO, tandis que la paille de maïs prétraitée avec 8% de NaOH a donné le plus faible rendement en méthane, 163,5 ml/g MO. Par contre, Chandrasekhar et al. [16] ont été étudié l'influence de trois prétraitement différentes, à savoir le prétraitement acide, alcalin et hydrothermique sur le potentiel en méthane de diverses catégories de déchets du palmier dattiers cultivar Takarboucht, à savoir les palmes, pétioles, régime, pédoncule du régime, spathes, fibrilium, et leur mélange et a constaté que parmi toutes les catégories de déchets du palmier dattier, le potentiel en méthane le plus élevé a été détecté par les palme prétraiter par voie alcalin (20% NH₄ pendant 6h à 60°C) avec 295,9 ml de CH₄/g MS, tandis que les valeurs les plus faibles de potentiel biochimique de méthane ont été observées avec le pétiole prétraiter par voie hydrothermique avec 200,45 ml de CH₄ /g MS

IV.4.5 Efficacité de la conversion des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera*L.).

L'analyse élémentaire des différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) permet d'estimer leur potentiel méthanogène théorique, à partir de l'équation de Buswell (Equation III.16).

Le tableau IV.9 et figure IV.8 montre le pourcentage de biodégradation de la matière organique en méthane pour les différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), par division du PME par le PMT.

Tableau IV. 9: Taux de biodégradation de tous les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), variétés de Takarboucht

	PME	PMT	IB (%)	Références
Mélange	161,86 (ml CH ₄ /g MO)	454,296 (ml CH ₄ /g MO)	30.29	Cette étude
Palme	180,09 (ml CH ₄ /g COD)	1.437(g COD/g COD)	51.45	[1]
Pétiole	118,48(ml CH ₄ /g COD)	1.407(g COD/g COD)	33.85	[1]
Régime	172,58(ml CH ₄ /g COD)	1.337(g COD/g COD)	49.30	[1]
Pédoncule du régime	141,30(ml CH ₄ /g COD)	1.388(g COD/g COD)	40.37	[1]
Spathe	176,21(ml CH ₄ /g COD)	1.362(g COD/g COD)	50.34	[1]
Fibrilium	135,65(ml CH ₄ /g COD)	1.285(g COD/g COD)	38.75	[1]

L'indice de biodégradabilité (IB) décrit l'efficacité de la biodégradabilité des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) du cultivar Takarboucht dans la digestion anaérobie en batch. L'IB le plus élevé, soit 51.54 %, a été observé dans le cas du palme, suivi de la spathe (50,34%), de régime (49,30%), des pédoncules de régime (40,37%), de fibrilium (38.75%), de pétiole (33,85%) et du mélange de différent déchets (30.29%). Cette faible biodégradabilité de 28 à 51 % peut être due à la structure et à la composition complexe de ces biomasses lignocellulosiques, qui rendent les sucres fermentescibles inaccessibles aux micro-organismes anaérobies. Dans le même contexte, Lahboubi et al. [165] ont obtenu une biodégradabilité de 28,13 % de la grappe de fruits du cultivar marocain. Djaafri et al. [12] a obtenu une biodégradabilité de 25 % des feuilles séchées du cultivar algérien H'mira de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.).

La figure IV. 8 montre le taux de biodégradation des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) sous prétraitement hydrothermique, acide et alcalin.

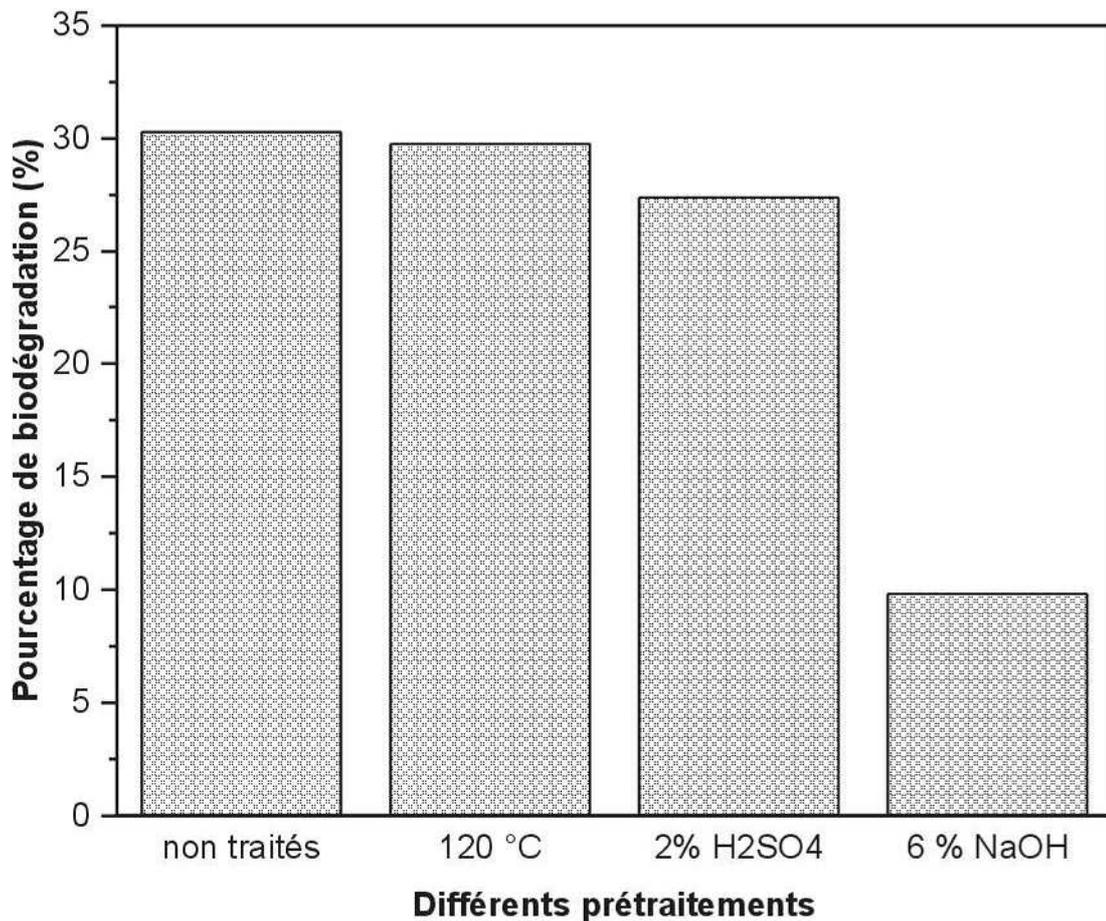


Figure IV. 8: Le taux de biodégradation sous différents prétraitements

Selon le PMT de mélange des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) (517,28 ml CH₄/g MO) et le PME, l'IB (Figure IV.8) était de 30.29, 29.75, 27.38 et 9.81% pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) non traités, prétraités par voie hydrothermique, acide et alcalin, respectivement. En ce qui concerne le prétraitement thermique, la faible biodégradabilité peut être due à la génération de substances phénoliques inhibitrices ainsi qu'à la perte d'AGV par vaporisation en raison de l'augmentation de la température, comme l'ont mentionné Kainthola et al [166] en raison de la forte solubilisation de la matière organique. Pour les prétraitements acide et alcalin une faible biodégradabilité pourrait être causée par des substances inhibitrices élevées [167].

IV.4.6 Cinétique de la production de méthane

La production cumulative de méthane a été ajustée par l'équation de Gompertz modifiée pour une analyse plus approfondie. Les paramètres estimés de la digestion anaérobie déduits par le modèle de Gompertz sont présentés dans le tableau IV.10. Toutes les valeurs de R^2 ajustées par le modèle vont de 0,984 à 0,999, ce qui indique que la production de méthane peut être bien simulée par le modèle. Les valeurs de production de biométhane prédites les plus élevées étaient de 172.65 pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) bruts et de 161.59, 147.17 et 51.74 (ml $\text{CH}_4/\text{g MO}$) pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) prétraités avec 120 °C pendant 30 min, 2% (p/p) H_2SO_4 et 6% (p/p) NaOH, respectivement. Ces résultats sont fondamentalement cohérents avec les résultats expérimentaux obtenus. La valeur du temps de latence (λ) indiquait le temps nécessaire aux bactéries pour s'adapter [139]. Les valeurs λ étaient de 2,18 jours pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) bruts et de 1,80 jours, 1,73 jours et 0,63 jours pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) prétraités avec H_2SO_4 , 120 °C pendant 30 min et avec 6% de NaOH, respectivement, ce qui peut être expliqué par l'amélioration de la biodégradabilité des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) après différents prétraitements tandis que la production de méthane à partir de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) bruts a pris un temps assez long car les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) contenaient des composants complexes difficiles à dégrader. Comparaison entre les résultats de cette étude et les résultats d'autres études. La phase de latence λ de cette étude était inférieure aux autres. Dans cette étude, le méthane a été généré après 0,63-1,80 jours, tandis que dans les autres études, le biogaz a été généré après 1,78-2,01 jours [168] et de Wang et al.[169] qui était 6,01-7,98 jours. La différence des résultats pourrait être causée par les substrats qui ont été utilisés comme matière première. Les taux maximaux de production de méthane (R_m) des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) prétraités par H_2SO_4 , prétraités par voie hydrothermique, non traités et prétraités par NaOH étaient de 12,76, 12,18, 11,64 et 7.73 ml $\text{CH}_4/\text{g MO/jours}$ respectivement. En raison des taux élevés de production de méthane au 6^{ème} jour.

Tableau IV. 10: Données dérivées du modèle de Gompertz modifié

	Modèle de Gompertz modifié				R²
	Potentiel méthanogène expérimental	Potentiel méthanogène modélisé	Rendement maximal de production de méthane	Temps de latence	
	PME	H_m	R_m	λ	
	(ml CH₄/g MO)	(ml CH₄/g MO)	(ml CH₄/g MO/jours)	Jours	
Non traité	161.86	172.65	11.64	2.18	0.998
120 °C	153.53	161.59	12.18	1.73	0.999
2% H₂SO₄	141.65	147.17	12.76	1.80	0.999
6% NaOH	50.78	51.74	7.73	0.63	0.984

IV.5 Optimisation du prétraitement hydrothermique par la méthode de surface de réponse.

La méthode de surface de réponse a été utilisée pour étudier les effets du prétraitement hydrothermique sur le rendement en méthane des palmes. Cette méthode nous a permis de déterminer une relation approximative entre les variables d'entrée (temps de réaction et température de réaction) et la réponse de sortie (rendement en méthane). Cette relation est formulée par un polynôme du second degré. Ce polynôme permettra d'optimiser les paramètres de réaction pour obtenir la réponse souhaitée.

IV.5.1 Modélisation de la production de méthane

Le prétraitement hydrothermique permet de faciliter les performances de la digestion anaérobie des palmes. Il a été signalé que le prétraitement hydrothermique augmente de manière significative la production de méthane à partir de la biomasse lignocellulosique, comme les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) cultivar Takarboucht [16], la paille de blé [104], les coquilles de noisettes [170] et la paille de riz [136]. Cependant, certains chercheurs ont signalé qu'une température plus élevée pendant le prétraitement hydrothermique pouvait inhiber la digestion anaérobie de la biomasse, entraînant un rendement en méthane plus faible [102].

L'effet de deux paramètres de prétraitement hydrothermique, la température et le temps, sur la réponse a été évalué à l'aide du plan composite centré. Le plan composite centré est utilisé pour étudier les interactions entre ces paramètres et aussi pour déterminer leurs niveaux optimaux. Cette relation est formulée par un polynôme du second degré. Ce

polynôme permettra d'optimiser les paramètres de réaction pour obtenir les réponses souhaitées. Les résultats obtenus expérimentalement et les résultats statistiquement prédites pour un total de 13 séries d'essais sont présentés dans le tableau IV.11.

Tableau IV. 11 : Matrice du plan d'expérience désigné pour le rendement maximal en méthane

Réacteur	Valeurs codées		Valeurs réelles		Facteur de sévérité	Valeurs expérimentales	Valeurs prédites
	A	B	A	B			
	°C	min	°C	min	R ₀	Rendement en méthane ml CH ₄ /g MO	Rendement en méthane ml CH ₄ /g MO
1	-1	1	90	60	1,48	153,49	154,91
2	0	0	110	40	1,89	139,20	139,2
3	0	1,414	110	68	2,12	142,02	142,09
4	1	1	130	60	2,66	97,10	94,23
5	0	0	110	40	1,89	139,87	139,2
6	1	-1	130	20	2,18	131,21	126,59
7	0	0	110	40	1,89	139,02	139,2
8	-1,414	0	81	40	1,04	123,20	120,94
9	1,414	0	138	40	2,72	85,13	89,56
10	0	-1,414	110	11	1,33	131,87	133,41
11	-1	-1	90	20	1	110,09	110,27
12	0	0	110	40	1,89	140,58	139,2
13	0	0	110	40	1,89	139,26	139,2

L'équation (IV.2) décrivant la relation entre les variables significatives et l'amélioration du rendement en méthane dans les unités codées dérivée par le modèle. L'équation est présentée comme suit :

$$\text{Rendement en méthane} = 139,2 - 11,09A + 3,07B - 19,25AB - 16,97A^2 - 0,725B^2 \quad (\text{IV.2})$$

L'équation modèle pour la réponse a été testée statistiquement pour sa signification et son adéquation par l'ANOVA (Analysis of variance) et sont présentées dans le tableau IV. 12.

Tableau IV. 12: L'ANOVA pour l'équation du modèle de régression quadratique du plan composite centré

Source	SS	DI	CM	valeur F	valeur P	
Model	4562,2	5	912,44	102,08	< 0.0001	significatif
A-Température	984,35	1	984,35	110,12	< 0.0001	
B-Temps	75,38	1	75,38	8,43	0,0229	
AB	1482,25	1	1482,25	165,82	< 0.0001	
A²	2004,53	1	2004,53	224,25	< 0.0001	
B²	3,66	1	3,66	0,4091	0,5428	
R²				0.9865		
Adj- R²				0.9768		
Pred- R²				0.9047		
Adeq.Pre				32.1732		
CV				2.33		

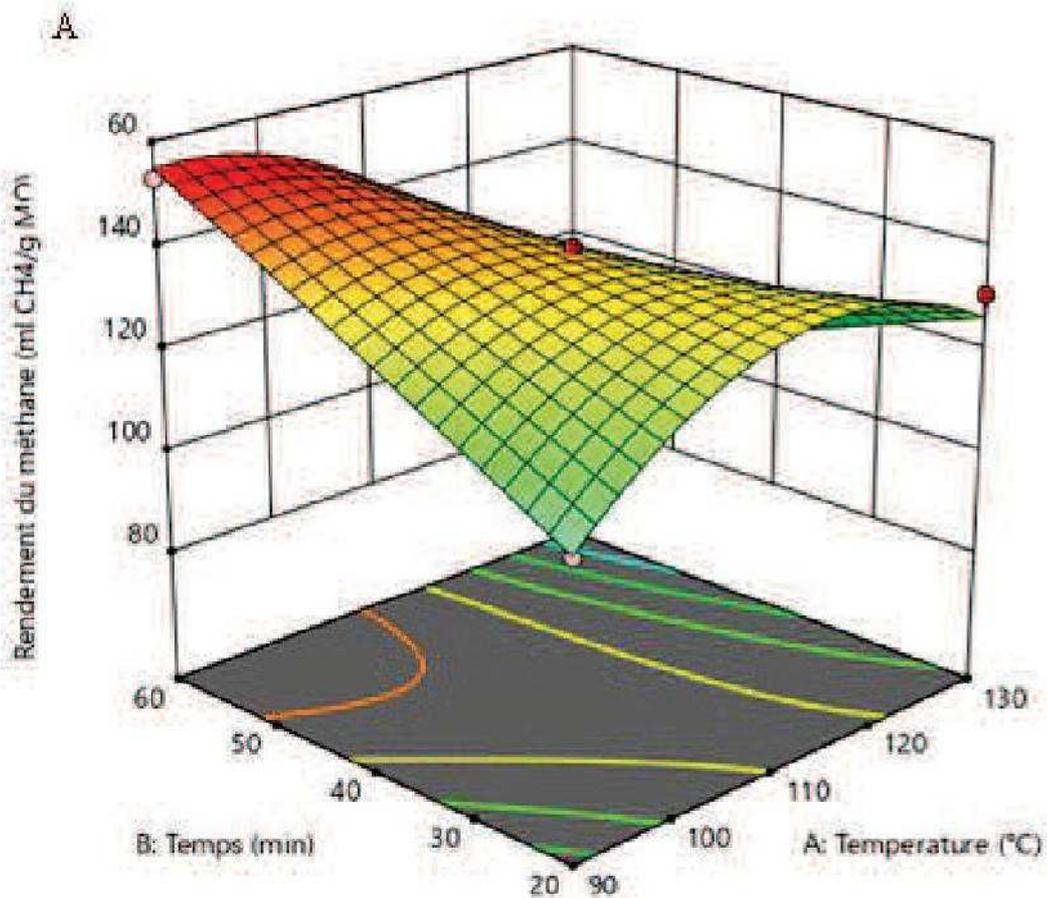
Somme des carrés (SS), Carré moyen (CM), Degré de liberté (DI) ; Valeur du test précis de Fisher (F) ; Valeur de probabilité ($p < 0,05$ est supposé être significatif, $P > 0,05$ est supposé être non significatif) ; Coefficient de variation (CV).

La valeur F du modèle (102,8) suggère que le modèle est hautement significatif. Il n'y avait que 0,01% de probabilité qu'une "valeur F du modèle" de cette amplitude puisse se produire en raison du bruit. Une valeur P inférieure à 0,05 implique que le modèle sélectionné est mathématiquement significatif et que le modèle est adéquat pour optimiser le rendement en méthane. Dans ce cas, l'analyse du modèle de régression a indiqué que les termes de modèle A, B, AB et A² étaient significatifs pour le rendement en méthane, mais que le B² est un terme de modèle non significatif. La valeur du modèle du coefficient de variance (CV) est de 2,33 %, ce qui est très faible et indique un degré élevé de précision et de fiabilité des données expérimentales. Le coefficient de détermination (R²) a été appliqué pour évaluer la qualité de l'ajustement de l'équation du modèle et pour décider du degré de variation interprété par le modèle. Dans les valeurs de réponse observées, le coefficient de détermination, R² = 0.9865, qui était dans la gamme de 0,75-1 pour un bon modèle [102]. La valeur de 0,9047 du modèle R² prédit est aussi proche de la valeur de 0.9768 du modèle R² ajusté, la différence est inférieure à 0,2. Une valeur de la précision adéquate préférable est supérieure à 4. Par conséquent, la valeur de la précision adéquate de 32,1732 était souhaitable, ce qui signifie qu'il était possible d'utiliser le modèle pour réaliser le plan

expérimental.

IV.5.2 Analyse de la méthodologie de surface de réponse

Le modèle de régression développé peut être représenté par des surfaces de réponse et des lignes de contour pour comprendre l'interaction entre les deux variables et déterminer le niveau optimal de chaque variable pour une réponse maximale du rendement en méthane. Les surfaces de réponse (Figure. IV.9 (A)) et des lignes de contour (Figure. IV.9 (B)) ont été générés sur la base de l'équation (IV.2).



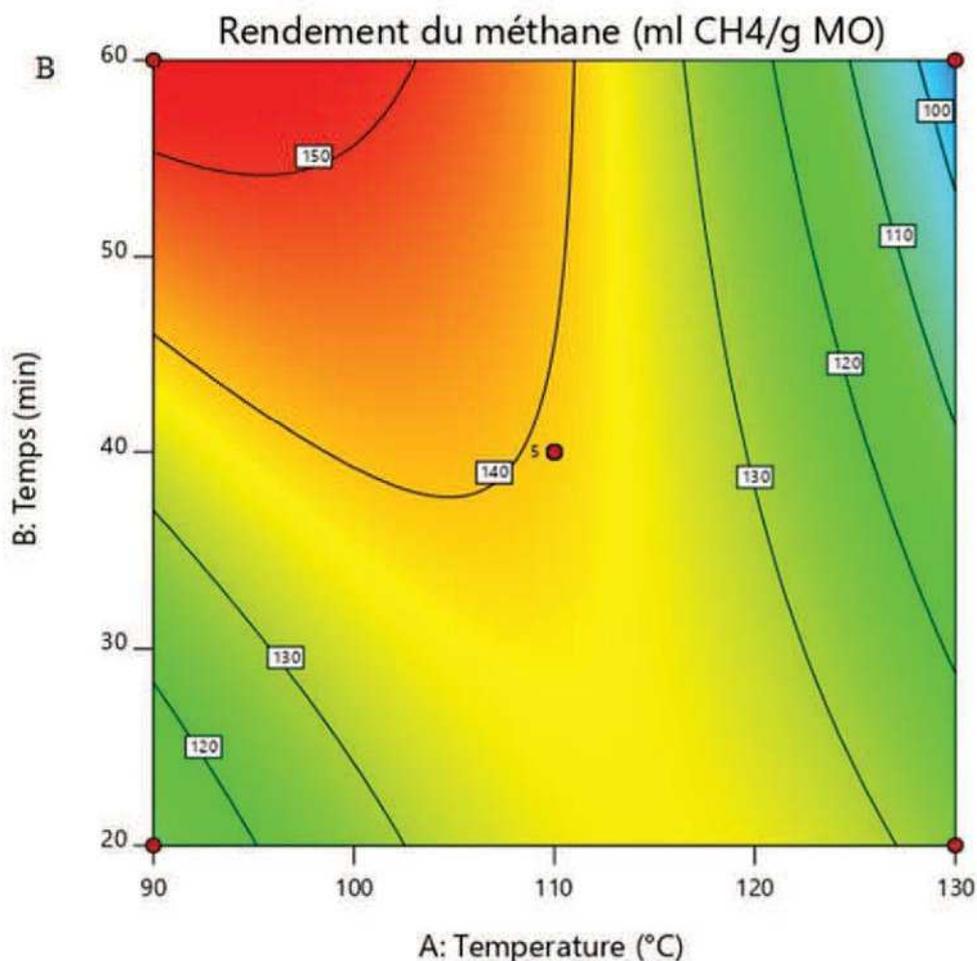


Figure IV. 9 : (A) Surface de réponse et (B) lignes de contour de l'effet interactif de la température et du temps de réaction sur le rendement cumulé en méthane.

La figure IV.9 montre que le rendement en méthane augmente avec le facteur de sévérité (1-2,18) jusqu'à atteindre sa valeur optimale. Au-delà de cet optimum, l'efficacité du prétraitement diminue et donc la production de méthane aussi, probablement en raison de la formation de composés inhibiteurs.

Le prétraitement à une température plus basse 90 °C et pendant une durée plus longue 60 min (à une sévérité faible du prétraitement, soit 1,48) a entraîné une augmentation de la production cumulative de méthane, pendant la digestion anaérobie. Le rendement le plus élevé de méthane ainsi obtenu était de 153,49 ml/g MO dans le réacteur R1, représentant une augmentation de 52,83 % du rendement en méthane par rapport aux palmiers non traités (100,43 ml/g MO). À faible sévérité 1 le rendement en méthane a augmenté d'environ 9,61 % par rapport aux palmiers non traités. Avec une sévérité de 1,89 et 2,12 le rendement en méthane était de 139,62 et 142,02 ml/g MO, respectivement, était presque identique, ce qui représente une augmentation d'environ 39 % et 41 % du rendement en méthane,

respectivement, par rapport aux palmes non traité. Lorsque la sévérité a été augmentée à 2,18, le rendement en méthane a augmenté d'environ 30,64 % par rapport aux palmes non traité. Des résultats similaires d'augmentation du potentiel de biométhane après le prétraitement hydrothermique a également été obtenu dans des études précédente [170]. Wang et al. [136] a optimisé le prétraitement hydrothermique pour une production cumulative maximale de biogaz à partir de paille de riz, et a indiqué que les conditions optimales étaient une température de 90 °C, un temps de réaction de 60 min, et que le rendement maximal de biogaz était de 306,6 ml/g MS, soit une augmentation d'environ 3 % par rapport au rendement de biogaz de la paille de riz non traitée. Xiang et al. [171] a indiqué que le prétraitement hydrothermique de la paille de riz à basse sévérité entraîne une amélioration de 38 % de la production de biogaz. Fernández-cegri et al. [24] ont également signalé une production maximale de méthane à 100°C pendant 6 h, ce qui a entraîné une augmentation de 6,5 % du méthane pour la farine de tournesol. Menardo et al. [93] ont rapporté que le prétraitement thermique des tiges de blé, d'orge, de riz et de maïs, effectué à 120 °C pendant 30 minutes, a entraîné une augmentation des rendements en méthane de 64,2, 40,8, 32,4 et 7,1 %, respectivement. Cependant, le prétraitement hydrothermique à basse température n'est pas toujours efficace pour améliorer le rendement en biogaz de la biomasse lignocellulosique. Par exemple, le prétraitement thermique à 90 °C pendant 30 minutes n'a pas affecté les rendements en méthane de la paille de blé, d'orge et de riz en termes de volume total ou d'augmentation de la vitesse de dégradation de la matière organique [93].

Malgré la capacité du prétraitement hydrothermique à hydrolyser les résidus de lignocellulose, son principal inconvénient est la production de HMF et de furfural à une sévérité plus élevée. Les HMF et les furfurals sont des inhibiteurs méthanogènes et sont donc des produits indésirables au cours du processus de digestion anaérobie [159]. Il est intéressant de noter que les palmes prétraités à une sévérité élevée (2,66 et 2,77) ont montré une diminution de la production de méthane par rapport au palme non traités. Ces résultats pourraient avoir été attribués à la formation de composants indésirables, qui pourraient potentiellement affecter l'efficacité de la digestion anaérobie grâce à la dégradation de la cellulose et l'hémicellulose pendant le prétraitement à haute température [172]. Des résultats similaires ont été rapportés par Kang et al. [102].

En général, lorsque l'intensité du prétraitement est très faible, une petite quantité de composés solubles est produite pendant le processus d'hydrolyse, et la solubilisation de

l'hémicellulose contenue dans des palmes est limitée, ce qui entraîne peu de changements dans la structure rigide de la lignocellulose, les composants lignocellulosiques des palmes ne peuvent pas être dégradés efficacement pendant le processus de digestion anaérobie, et l'augmentation du rendement en méthane est donc relativement faible. Au contraire, lorsque l'intensité du prétraitement est augmentée, les monomères tels que le glucose et la xylose générée par le processus d'hydrolyse sont dégradés en HMF et en furfural, respectivement. Ces composés furannes ont inhibé les méthanogènes lors de la digestion anaérobie et ont finalement entraîné une diminution du rendement en méthane. L'amélioration maximale du rendement en méthane a été obtenue uniquement dans des conditions de prétraitement modérées, une grande quantité de substances solubles de faible poids moléculaire ayant été générée par le processus d'hydrolyse. Ces substances solubles contiennent principalement des sucres et de l'acide acétique. Des études précédentes ont suggéré qu'il y avait relation linéaire entre le facteur de sévérité et le rendement en méthane de la biomasse lignocellulosique [101], [104], ce qui confirme les résultats de cette étude.

La bonne concordance entre les valeurs réelles et prédites (erreur d'écart de 0,9865 %) a permis de vérifier l'efficacité et la suffisance du modèle de réponse (Figure IV.10). D'autres études ont également prouvé que la méthodologie de la surface de réponse était un outil puissant pour optimiser diverses conditions de prétraitement pour la production de biométhane/biogaz à partir de différentes biomasses telles que le maïs africain [173], la paille de blé [174] et la fraction organique des déchets solides municipaux [175].

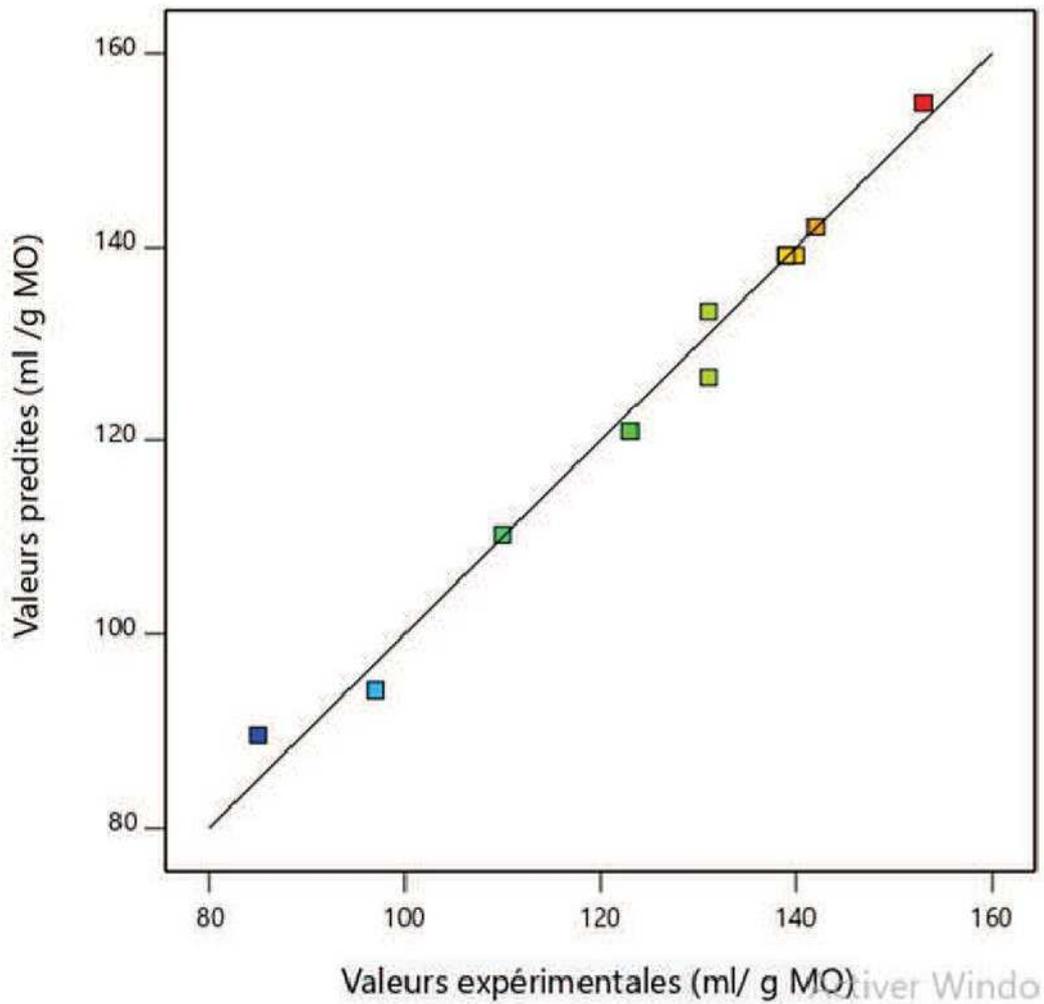


Figure IV. 10 : Corrélation entre les valeurs prédites et les valeurs réelles

IV.5.3 Condition optimale

Dans cette étude, une équation polynomiale du second ordre a été utilisée pour déterminer les conditions optimales de production de méthane, Eq. IV.2. Les conditions optimales étaient une température de prétraitement thermique de 90 °C et un temps de réaction de 60 min. Dans les conditions optimales, le rendement en méthane prédit était de 154,91 ml/g MO. Le graphe de la figure IV.11 montre que la production de méthane s'éloignant du point optimal. Ainsi, le modèle a été obtenu de telle manière qu'il pouvait raisonnablement prédire le rendement en méthane.

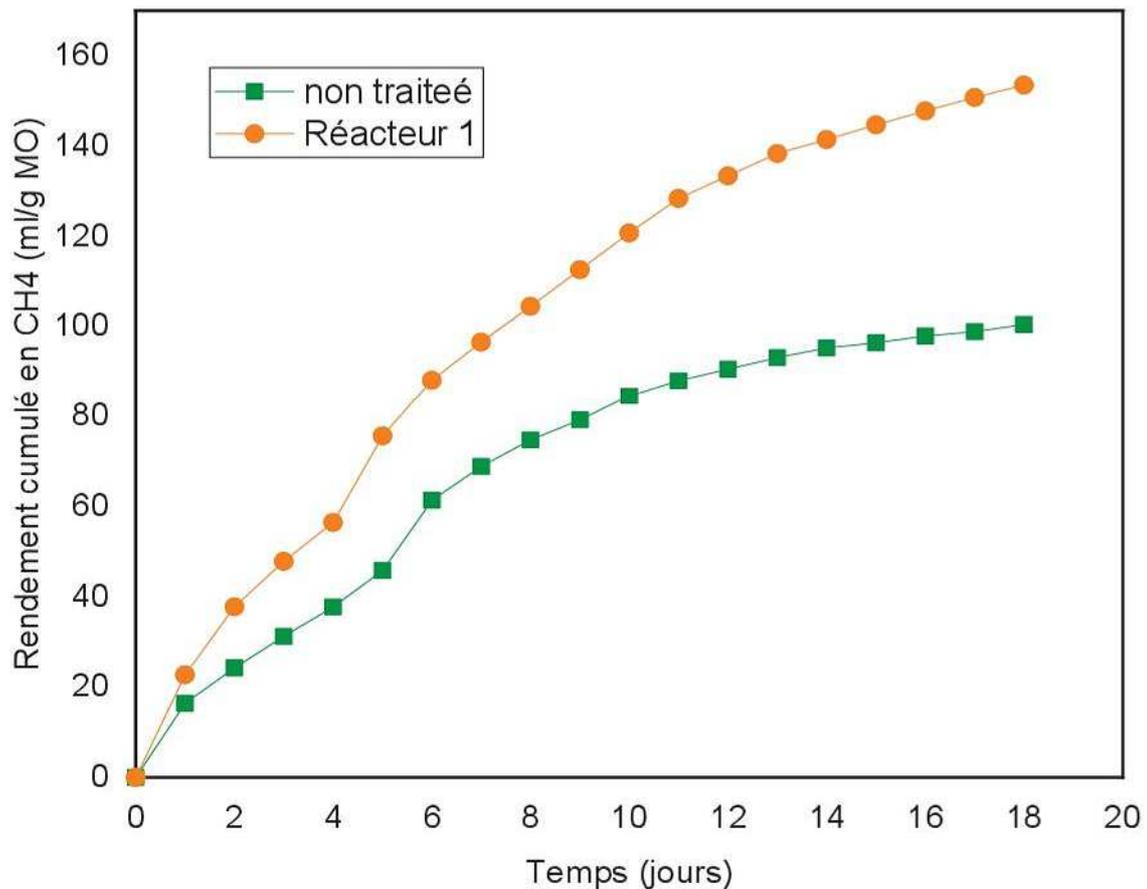


Figure IV. 11: Rendement cumulé en méthane des palmes non traitées et prétraités par voie hydrothermique

La production journalière de méthane des palmes non traitée et prétraitée par voie hydrothermique avec un faible facteur de sévérité (1,48) est présentée dans la figure IV.12. Pendant la phase initiale de la digestion anaérobie, la production de méthane a augmenté rapidement, le rendement en méthane journalier a été augmenté de 16,4 ml/g MO à 22,72 ml/g MO après le premier jour avec une augmentation de 38%. Ensuite une diminution rapide temporaire a été observée suivie d'une augmentation graduelle. Cela peut être attribué à la matière organique facilement biodégradable du substrat disponible pour les bactéries anaérobies initialement [20]. Lorsque la majeure partie du substrat disponible a été épuisée, la production quotidienne de méthane a diminué en conséquence. Cependant, après une période d'acclimatation et de reproduction des bactéries hydrolytiques, une solubilisation supplémentaire du substrat a conduit à l'augmentation de la production quotidienne de méthane[158].

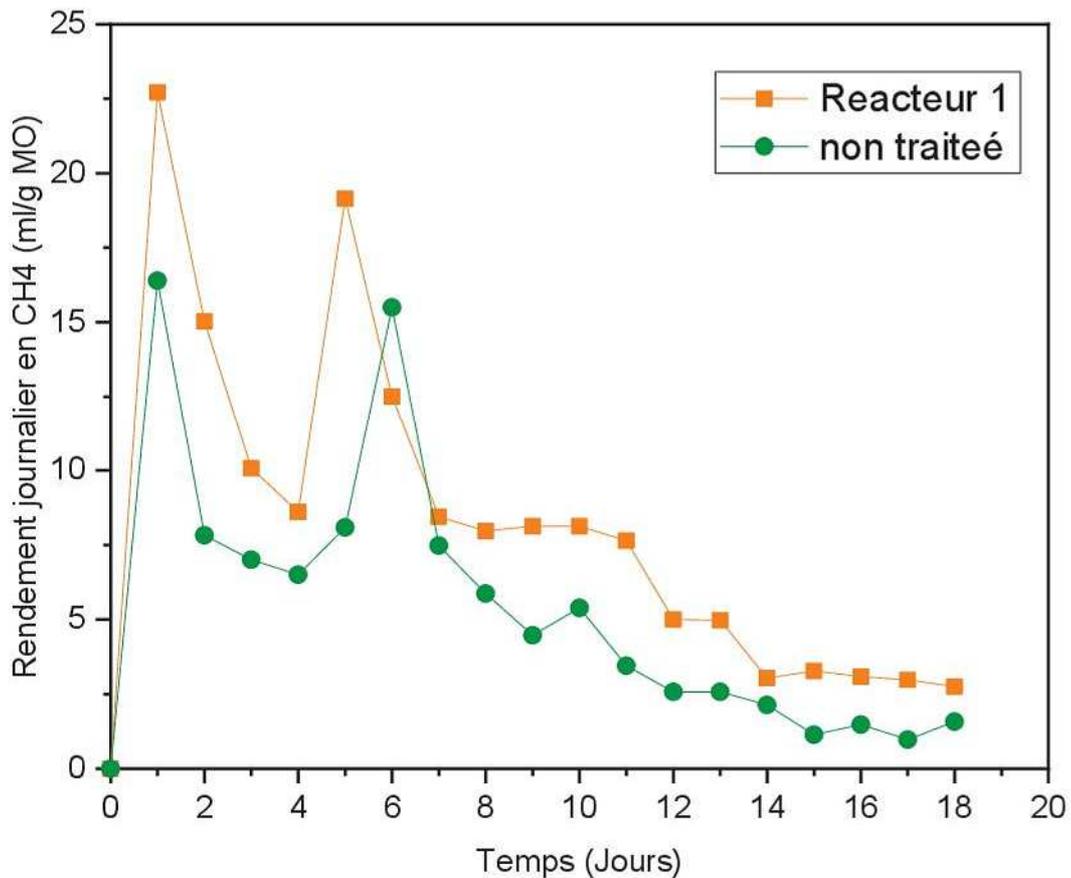


Figure IV. 12: Rendement journalier en méthane des palmes non traitées et prétraitées par voie hydrothermique optimale

IV.6 Evaluation des capacités énergétiques du méthane produit par le mélange des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et les palmes de la variété Takarboucht de la région d'Adrar

IV.6.1 La quantité du méthane produite annuellement

Sur la base de rendement expérimentale en méthane (RM) estimé en ml CH_4/g 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 :

$$RM_{Mélange} = 161,86 \text{ ml } CH_4/g \text{ MO} = 161,86 \text{ m}^3 CH_4/Tonne \text{ MO}$$

$$QD_{Mélange} = 7.127.198 \text{ Tonne/an} = 6.370.931 \text{ Tonne MO/an}$$

$$MA_{Mélange} = RM \times QD = 161,86 \times 6.370.931 = 10.311.988,91 \text{ m}^3 CH_4/an$$

La quantité du méthane de mélange des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) produite annuellement est estimé de $10.311.988,91 \text{ m}^3 CH_4/ \text{an}$

Selon le poids total des palmes estimés de 23,06 kg/palmier/an au niveau de l'INRA d'Oulad Aissa d'Adrar, le poids total des palmes produits annuellement par la variété Takarboucht dans la Wilaya d'Adrar est approximativement estimé de 4.066.212 tonnes des palmes.

$$RM_{\text{Palme non traitées}} = 100,43 \text{ ml } CH_4/g \text{ MO} = 100,43 \text{ m}^3 CH_4/Tonne \text{ MO}$$

$$QD_{\text{Palmes}} = 4.066.212 \text{ Tonne/an} = 3.735.547 \text{ Tonne MO/an}$$

$$MA_{\text{Palmes non traitées}} = 100,43 \times 3.735.547 = 3.751.609,85 \text{ m}^3/\text{an}$$

$$RM_{\text{Palmes prétraité a } 90^\circ\text{C, } 60 \text{ min}} = 153,49 \text{ ml } CH_4/g \text{ MO} = 153,49 \text{ m}^3 CH_4/Tonne \text{ de MO}$$

$$MA_{\text{Palmes prétraité a } 90^\circ\text{C, } 60 \text{ min}} = 153,49 \times 3.735.547 = 5.733.691,09 \text{ m}^3 CH_4/\text{an}$$

La quantité du méthane des palmes non traitées et prétraitée par voie hydrothermique a des conditions optimales (90 °C et 60 min) produite annuellement est estimé de 3.751.609,85 m³ CH₄/an et 5.733.691,09 m³ CH₄/an, respectivement.

IV.6.2 Les capacités énergétiques du méthane produite annuellement

La quantification des capacités énergétiques du méthane produites annuellement par le mélange de différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et les palmes se base sur la quantité du méthane produite annuellement (MA) multipliée par le pouvoir calorifique PC du méthane qui est estimé de 9,96 KWh/ m³

$$E = MA \times PC$$

Le tableau IV.13 présente l'énergie produite annuellement par le méthane provenant du mélange de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et les palmes de la variété Takarboucht dans la région d'Adrar.

Tableau IV. 13: L'énergie produite annuellement par le méthane d'origine des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) de la variété Takarboucht de la région d'Adrar

Substrat	MA	PCI	Energie
	m³ CH₄/ an	KWh/ m³	KWh/an
Mélange	10.311.988,91	9,96	10.270.740,9
Palmes non traitée	3.751.609,85	9,96	3.736.603,4
Palmes prétraité à 90°C, 60 min	5.733.691,09	9,96	5.710.756,3

Les résultats démontrent que les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) peuvent produire une quantité d'énergie estimée entre 3000 et 10000 MWh/an.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

La digestion anaérobie est une source vitale d'énergie renouvelable et est considérée comme un moyen d'atténuer la dépendance mondiale aux combustibles fossiles en produisant des biocarburants durables. La digestion anaérobie est l'une des voies de conversion biochimique qui utilise les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) pour la production de biogaz et réduit la pollution de l'environnement en empêchant la combustion des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et en produisant un biocarburant. Par ailleurs, leur faible biodégradabilité en conditions anaérobies nécessite de les prétraiter avant méthanisation pour optimiser la production de méthane.

Ce travail vise à étudier les effets du prétraitement hydrothermique, alcalin et acide dilué sur le potentiel biométhanogène de biomasses lignocellulosiques sélectionnées dans la présente étude et d'optimiser les conditions de prétraitement hydrothermique pour obtenir une production optimale de méthane en utilisant la méthodologie de surface de réponse.

Au cours de cette étude, une évaluation du potentiel des sous-produits du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) à l'INRA d'Oulad Aissa, Adrar a été réalisée. Cette évaluation a consisté en une détermination quantitative des différents sous-produits dont les palmes, pétiole, régime, pédoncule du régime, la spathe et le fibrilium du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) en déterminant le nombre, la masse totale de chaque type de déchets générés par le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), ainsi qu'une estimation globale du potentiel de la biomasse du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) dans l'oasis d'Adrar. L'évaluation montre que la variété Takarboucht génère une quantité importante de déchets annuels estimée à 7 127 198 tonnes, dont les palmes constituent la majeure partie de ces déchets (65,98%).

Dans cette étude, le mélange de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) comprenant les palmes, pétioles, régimes, pédoncules du régime, spathe et le fibrilium ont été utilisés pour la production de méthane. Les prétraitements hydrothermique, acide dilué et alcalin, combinés au processus de digestion anaérobie pour maximiser le rendement en méthane à partir de mélange des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) ont été étudiés pour la première fois dans la littérature. Le DCOs (%) le plus élevé a été obtenu par l'hydrolysate des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) issu du prétraitement alcalin. Le rendement le plus élevé en méthane était de 161,86 ml CH₄/g MO pour les déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) non traitée. Parmi tous les prétraitements, le

rendement en méthane le plus élevé a été observé avec le prétraitement hydrothermique avec 153,35 ml CH₄/g MO, suivi par le prétraitement acide (141,65 ml CH₄/g MO) et le prétraitement alcalin (50,78 ml CH₄/g MO). Tous les prétraitements n'ont pas amélioré le rendement en méthane par rapport au non traité, en raison des substances inhibitrices sur les activités des bactéries méthanogènes. Le prétraitement alcalin a amélioré la solubilisation des déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), mais il n'a pas nécessairement amélioré le rendement en méthane. Les conditions optimales de prétraitement des études précédentes ne sont pas adaptées à ce type de substrat lignocellulosique. Pour cela, l'optimisation des conditions de chaque prétraitement est proposée.

La méthodologie de surface de réponse par le plan composite centré a été appliquée pour optimiser les conditions de prétraitement hydrothermique, la température et le temps de réaction sur l'augmentation du rendement en méthane. Les résultats expérimentaux ont montré que le rendement maximal de méthane (153,49 ml/g MO) a été obtenu dans les conditions optimales de prétraitement (90°C et 60 min), ce qui était 52.82% plus élevé que les palmes non traitée (100,43 ml/g MO). Cette valeur expérimentale était en excellent accord avec la valeur prédite (54,24%). Le modèle peut être mieux utilisé pour la prédiction du rendement en méthane.

Les estimations énergétiques du méthane produit par le mélange de différents déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) et les palmes de la variété Takarboucht de la région d'Adrar montrent que ce type de biomasse peut produire une quantité estimée entre 3000 et 10000 MWh/an.

Cette recherche permet de savoir que la biomasse du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) sera utilisée comme matière première potentielle pour le processus de production de biogaz, ce qui contribuera à rendre la méthode globale plus rentable. Cependant, une stratégie de prétraitement appropriée est essentielle pour que cette biomasse devienne une matière première viable en éliminant le contenu lignocellulosique. L'optimisation des conditions de prétraitement chimique et thermique est proposée pour chaque type de déchets du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) séparément, ainsi que le mélange des déchets et il est nécessaire d'inclure des prétraitements non chimiques et physiques tels que le prétraitement biologique pour minimiser le coût du prétraitement.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] K. Chandrasekhar, R. Dune, A. Cayetano, and I. Mehrez, "Evaluation of the biochemical methane potential of different sorts of Algerian date biomass," *Environ. Technol. Innov.*, vol. 20, p. 101180, 2020, doi: 10.1016/j.eti.2020.101180.
- [2] A. Abraham, A. K. Mathew, H. Park, O. Choi, and R. Sindhu, "Pretreatment strategies for enhanced biogas production from lignocellulosic biomass," *Bioresour. Technol.*, vol. 301, p. 122725, 2020, doi: 10.1016/j.biortech.2019.122725.
- [3] A. Bouraiou, A. Neçaibia, N. Boutasseta, and S. Mekhilef, "Status of Renewable Energy Potential and Utilization in Algeria," *Clean. Prod.*, vol. 246, p. 119011, 2019, doi: 10.1016/j.jclepro.2019.119011.
- [4] N. Nair, Anu Sadasivan Sivakumar, "Recent advancements in pretreatment technologies of biomass to produce bioenergy," in *Recent Developments in Bioenergy Research*, Elsevier, 2020, pp. 311–324.
- [5] A. Boulal et al., "Integrated valorization of *Moringa oleifera* and waste *Phoenix dactylifera* L. dates as potential feedstocks for biofuels production from Algerian Sahara: An experimental perspective," *Biocatal. Agric. Biotechnol.*, vol. 20, no. June, p. 101234, 2019, doi: 10.1016/j.bcab.2019.101234.
- [6] DSA, "Direction des Services Agricoles (DSA), service des statistique, Adrar, Algeria," 2019.
- [7] N. Bouguedoura, M. Bennaceur, S. Babahani, and S. E. Benziouche, "Date palm status and perspective in Algeria," in *Date palm genetic resources and utilization*, Springer, 2015, pp. 125–168.
- [8] I. E. Benzohra, M. Megateli, and R. Berdja, "Bayoud disease of date palm in Algeria : history, epidemiology and integrated disease management," *African J. Biotechnol.*, vol. 14, pp. 542–550, 2015, doi: 10.5897/AJBX2014.14292.
- [9] A. Akhtar, T. Ivanova, I. Jiříček, and V. Krepl, "Detailed characterization of waste from date palm (*Phoenix dactylifera*) branches for energy production: Comparative evaluation of heavy metals concentration," *J. Renew. Sustain. Energy*, vol. 11, p. 013102, 2019, doi: 10.1063/1.5027578.
- [10] R. Martis, A. Al-Othman, M. Tawalbeh, and M. Alkasrawi, "Energy and economic analysis of date palm biomass feedstock for biofuel production in UAE: pyrolysis, gasification and fermentation," *Energies*, vol. 13, p. 5877, 2020.
- [11] I. Souli, X. Liu, T. Lendormi, N. Chaira, A. Ferchichi, and J.-L. Lanoisellé, "Anaerobic digestion of waste Tunisian date (*Phoenix dactylifera* L.): effect of biochemical composition of pulp and seeds from six varieties," *Environ. Technol.*, pp. 1–13, 2020.
- [12] M. Djaafri, S. Kalloum, A. E. Soulimani, and M. Khelafi, "Bioconversion of Dried Leaves from Algerian Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.) to Biogas by Anaerobic Digestion," in *International Journal of Engineering Research in Africa*, 2019, vol. 41, pp. 131–144.
- [13] K. a Jaafar, "Biogas production by anaerobic digestion of date palm pulp waste," *Al-Khwarizmi Eng. J.*, vol. 6, pp. 14–20, 2010.
- [14] D. Patowary and D. C. Baruah, "Effect of combined chemical and thermal pretreatments on biogas production from lignocellulosic biomasses," *Ind. Crop. Prod.*, vol. 124, pp. 735–746, 2018, doi: 10.1016/j.indcrop.2018.08.055.
- [15] A. Kumar, A. Rapoport, G. Kunze, S. Kumar, D. Singh, and B. Singh, "Multifarious pretreatment strategies for the lignocellulosic substrates for the generation of renewable and sustainable biofuels: A review," *Renew. Energy*, vol. 160, pp. 1228–1252, 2020, doi: 10.1016/j.renene.2020.07.031.
- [16] K. Chandrasekhar, I. Mehrez, G. Kumar, and S.-H. Kim, "Relative evaluation of acid, alkali, and hydrothermal pretreatment influence on biochemical methane potential of date biomass," *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 9, 2021.
- [17] R. J. Patinvoh, O. A. Osadolor, K. Chandolias, I. Sárvári Horváth, and M. J. Taherzadeh, "Innovative pretreatment strategies for biogas production," *Bioresour. Technol.*, vol. 224, pp. 13–24, 2017, doi: 10.1016/j.biortech.2016.11.083.

- [18] M. Djaafri, S. Kalloum, K. Kaidi, F. Salem, S. Balla, and D. Meslem, "Enhanced methane production from dry leaflets of Algerian date palm (*Phoenix dactylifera* L .) Hmira cultivar , by alkaline pretreatment," *Waste and Biomass Valorization*, vol. 11, p. 2661-2671 , 2019, doi: 10.1007/s12649-018-00574-w.
- [19] F. Y. Al-Juhaimi et al., "Biogas Production through the Anaerobic Digestion of Date Palm Tree Wastes - Process Optimization," *BioResources*, vol. 9, no. 2, pp. 3323–3333, 2014, doi: 10.15376/biores.9.2.3323-3333.
- [20] J. Zhu, C. Wan, and Y. Li, "Enhanced solid-state anaerobic digestion of corn stover by alkaline pretreatment," *Bioresour. Technol.*, vol. 101, pp. 7523–7528, 2010, doi: 10.1016/j.biortech.2010.04.060.
- [21] F. Hu, S. Jung, and A. Ragauskas, "Pseudo-lignin formation and its impact on enzymatic hydrolysis," *Bioresour. Technol.*, vol. 117, pp. 7–12, 2012, doi: 10.1016/j.biortech.2012.04.037.
- [22] M. Kim, B. C. Kim, K. Nam, and Y. Choi, "Effect of pretreatment solutions and conditions on decomposition and anaerobic digestion of lignocellulosic biomass in rice straw," *Biochem. Eng. J.*, vol. 140, pp. 108–114, 2018, doi: 10.1016/j.bej.2018.09.012.
- [23] M. Taherdanak, H. Zilouei, and K. Karimi, "The influence of dilute sulfuric acid pretreatment on biogas production from wheat plant," *Int. J. Green Energy*, vol. 13, pp. 1129–1134, 2016, doi: 10.1080/15435075.2016.1175356.
- [24] V. Fernández-cegrí, M. Á. De Rubia, F. Raposo, and R. Borja, "Effect of hydrothermal pretreatment of sunflower oil cake on biomethane potential focusing on fibre composition," *Bioresour. Technol.*, vol. 123, pp. 424–429, 2012, doi: 10.1016/j.biortech.2012.07.111.
- [25] A. Ayub and C. Visvanathan, "Effect of thermal pretreatment on chemical composition , physical structure and biogas production kinetics of wheat straw," *J. Environ. Manage.*, vol. 221, pp. 45–52, 2018, doi: 10.1016/j.jenvman.2018.05.011.
- [26] C. Fang, J. E. Schmidt, I. Cybulska, G. P. Brudecki, C. G. Frankær, and M. H. Thomsen, "Hydrothermal pretreatment of date palm (*Phoenix dactylifera* L .) leaflets and rachis to enhance enzymatic digestibility and bioethanol potential," *Biomed Res. Int.*, 2015.
- [27] S. Zareibezini, R. Sankar, and R. Yaparla, "Pre-treatment of straw and forest residue for biogas production - Recycling and Reuse of NMMO," *Mémoire de master, Université de Borås*, 2013.
- [28] J. C. Solarte-toro, Y. Chacón-pérez, and C. Ariel, "Evaluation of biogas and syngas as energy vectors for heat and power generation using lignocellulosic biomass as raw material," *Electron. J. Biotechnol.*, vol. 33, pp. 52–62, 2018, doi: 10.1016/j.ejbt.2018.03.005.
- [29] J. A. L. Amarante, "Biométhanisation des déchets putrescibles municipaux – technologies disponibles et enjeux pour le québec," *Thèse de doctorat, Université de sherbrooke*, 2010.
- [30] J.-H. Tian, "Étude d'un prétraitement biologique des biomasses lignocellulosiques par une approche microbiologique et de bioprocédé," *Thèse de doctorat, Université de rennes 1*, 2016.
- [31] E. Almansour, "Bilans énergétiques et environnementaux de filières biogaz : Approche par filière-type," *Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1*, 2011.
- [32] A. Mottet, "Recherche d'indicateurs de biodégradabilité anaérobie et modélisation de la digestion anaérobie thermophile: Application aux boues secondaires d'épuration non traitées et prétraitées thermiquement," *Thèse de doctorat, Université montpellier II*, 2009.
- [33] L. André, "Étude de verrous scientifiques et technologiques pour la compréhension et l'optimisation du procédé de méthanisation voie sèche discontinu de sous- produits d'origine agricole," *Thèse de de doctorat, Université de Technologie de Compiègne*, 2016.
- [34] R. Cresson, "Etude du démarrage de procédés intensifs de méthanisation. Impact des conditions hydrodynamiques et de la stratégie de montée en charge sur la formation et l'activité du biofilm," *Thèse de doctorat, Université montpellier II*, 2006.
- [35] K. Derbal, "Digestion anaérobie des déchets solides melanges avec les boues de station d'épuration," *Thèse de doctorat, Université mentouri*, 2009.
- [36] R. R. Méndez, "Digestion anaérobie des résidus d' abattoirs de veaux de lait : caractérisation , traitement et modélisation," *Thèse de doctorat, Université LAVAL*, 2015.

- [37] L. Xun, "Valorisation énergétique de la biomasse lignocellulosique par digestion anaérobie : prétraitement fongique aérobie," Thèse de doctoar, Institut national des sciences appliquees de Lyon, 2015.
- [38] A. Degueurce, "La méthanisation par voie sèche agricole appliquée aux bovins : optimisation de la recirculation des lixiviats," Thèse de doctorat, Université Rennes 1, 2016.
- [39] J.-J. Godon, "Aspects biochimiques et microbiologiques de la méthanisation," in *La méthanisation*, TEC & Doc., 2008.
- [40] J. Motte, R. Escudié, N. Bernet, J. Delgenes, J. Steyer, and C. Dumas, "Dynamic effect of total solid content, low substrate/inoculum ratio and particle size on solid-state anaerobic digestion," *Bioresour. Technol.*, vol. 144, pp. 141–148, 2013, doi: 10.1016/j.biortech.2013.06.057.
- [41] A. J. M. Stams et al., "Metabolic Interactions in Methanogenic and Sulfate-Reducing Bioreactors," *water Sci.*, vol. 25, pp. 13–20, 2005.
- [42] J. Ajay Kumar, L. Jianzheng, N. Loring, and Z. Ligu, "Research advances in dry anaerobic digestion process of solid organic wastes," *African J. Biotechnol.*, vol. 10, pp. 14242–14253, 2011, doi: 10.5897/AJB11.1277.
- [43] J. C. Mabala, "Aptitude d'écosystèmes anaérobies industriels à produire du méthane à partir d'éthanol en conditions psychrophile, mésophile et thermophile," Thèse de doctorat, Université de montpellier II, 2012.
- [44] K. J. Chae, A. Jang, S. K. Yim, and I. S. Kim, "The effects of digestion temperature and temperature shock on the biogas yields from the mesophilic anaerobic digestion of swine manure," *Bioresour. Technol.*, vol. 99, pp. 1–6, 2008, doi: 10.1016/j.biortech.2006.11.063.
- [45] Yadvika, Santosh, T. R. Sreekrishnan, S. Kohli, and V. Rana, "Enhancement of biogas production from solid substrates using different techniques - A review," *Bioresour. Technol.*, vol. 95, pp. 1–10, 2004, doi: 10.1016/j.biortech.2004.02.010.
- [46] E. A. Cazier, "Role des gaz dissous dans la digestion anaerobie par voie seche de dechets ligno-cellulosiques," Thèse de doctorat, Université montpellier, 2015.
- [47] M. Pohl, J. Mumme, K. Heeg, and E. Nettmann, "Thermo- and mesophilic anaerobic digestion of wheat straw by the upflow anaerobic solid-state (UASS) process," *Bioresour. Technol.*, vol. 124, pp. 321–327, 2012, doi: 10.1016/j.biortech.2012.08.063.
- [48] J. Fernández-rodíguez, M. Pérez, and L. I. Romero, "Comparison of mesophilic and thermophilic dry anaerobic digestion of OFMSW : Kinetic analysis," *Chemical Engineering Journal*, vol. 232, pp. 59–64, 2013, doi: 10.1016/j.cej.2013.07.066.
- [49] H. M. El-mashad, G. Zeeman, and W. K. P. Van Loon, "Effect of temperature and temperature fluctuation on thermophilic anaerobic digestion of cattle manure," *Bioresource technology*, vol. 95, pp. 191–201, 2004, doi: 10.1016/j.biortech.2003.07.013.
- [50] H. Hartmann and B. K. Ahring, "Strategies for the anaerobic digestion of the organic fraction of municipal solid waste : an overview," *Water science and technology*, vol. 53, pp. 7-22, 2006, doi: 10.2166/wst.2006.231.
- [51] L. U. Shu-guang, I. Tsuyoshi, U. Masao, and S. Masahiko, "Start-up performances of dry anaerobic mesophilic and thermophilic digestions of organic solid wastes," *Journal of Environmental Sciences*, vol. 19, pp. 416–420, 2007.
- [52] T. Amani, M. Nosrati, and T. R. Sreekrishnan, "A Precise experimental study on key dissimilarities between mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of waste activated sludge," *Int. J. Environ. Res*, vol. 5, pp. 333–342, 2011.
- [53] P. E. Poh and M. F. Chong, "Bioresource Technology Development of anaerobic digestion methods for palm oil mill effluent (POME) treatment," vol. 100, pp. 1–9, 2009, doi: 10.1016/j.biortech.2008.06.022.
- [54] A. J. Ward, P. J. Hobbs, P. J. Holliman, and D. L. Jones, "Optimisation of the anaerobic digestion of agricultural resources," *Bioresour. Technol.*, vol. 99, no. 17, pp. 7928–7940, 2008, doi: 10.1016/j.biortech.2008.02.044.

- [55] D. Kondusamy and A. S. Kalamdhad, "Pre-treatment and anaerobic digestion of food waste for high rate methane production – A review," *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 2, pp. 1821–1830, 2014, doi: 10.1016/j.jece.2014.07.024.
- [56] C. Liu, X. Yuan, G. Zeng, W. Li, and J. Li, "Prediction of methane yield at optimum pH for anaerobic digestion of organic fraction of municipal solid waste," *Bioresour. Technol.*, vol. 99, pp. 882–888, 2008, doi: 10.1016/j.biortech.2007.01.013.
- [57] E. Cazier, "Role des gaz dissous dans la digestion anaerobie par voie seche de dechets ligno-cellulosiques," Thèse de doctorat, Université de Montpellier 2, 2015.
- [58] R. T. Romano and R. Zhang, "Co-digestion of onion juice and wastewater sludge using an anaerobic mixed biofilm reactor," *Bioresour. Technol.*, vol. 99, pp. 631–637, 2008, doi: 10.1016/j.biortech.2006.12.043.
- [59] Y. Li, S. Y. Park, and J. Zhu, "Solid-state anaerobic digestion for methane production from organic waste," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 15, pp. 821–826, 2011, doi: 10.1016/j.rser.2010.07.042.
- [60] B. Puyuelo, S. Ponsá, T. Gea, and A. Sánchez, "Determining C / N ratios for typical organic wastes using biodegradable fractions," *Chemosphere*, vol. 85, pp. 653–659, 2011, doi: 10.1016/j.chemosphere.2011.07.014.
- [61] Y. Z. Pang, Y. P. Liu, X. J. Li, K. S. Wang, and H. R. Yuan, "Improving Biodegradability and Biogas Production of Corn Stover through Sodium Hydroxide Solid State Pretreatment," *Energy & Fuels*, Vol. 22, pp. 2761–2766, 2008.
- [62] P. Zhang, G. Zeng, G. Zhang, Y. Li, B. Zhang, and M. Fan, "Anaerobic co-digestion of biosolids and organic fraction of municipal solid waste by sequencing batch process," *Fuel Processing Technol.*, vol. 89, pp. 485 – 489, 2008, doi: 10.1016/j.fuproc.2007.11.013.
- [63] P. Sosnowski, A. Wieczorek, and S. Ledakowicz, "Anaerobic co-digestion of sewage sludge and organic fraction of municipal solid wastes," *Adv. Environ. Res.*, vol. 7, pp. 609–616, 2003, doi: 10.1016/S1093-0191(02)00049-7.
- [64] L. Li, X. Yang, X. Li, M. Zheng, J. Chen, and Z. Zhang, "The influence of inoculum sources on anaerobic biogasification of naoh- treated corn stover," *Energy Sources, Part A Recover. Util. Environ. Eff.*, vol. 33, pp. 37–41, 2010, doi: 10.1080/15567030902937192.
- [65] L. I. Romero and M. Pe, "Composting potential of different inoculum sources in the modified SEBAC system treatment of municipal solid wastes," *Bioresour. Technol.*, vol. 98, pp. 3354–3366, 2007, doi: 10.1016/j.biortech.2006.10.024.
- [66] F. Xu, J. Shi, W. Lv, Z. Yu, and Y. Li, "Comparison of different liquid anaerobic digestion effluents as inocula and nitrogen sources for solid-state batch anaerobic digestion of corn stover," *Waste Manag.*, vol. 33, pp. 26–32, 2013, doi: 10.1016/j.wasman.2012.08.006.
- [67] A. J. Kang and Q. Yuan, "Enhanced Anaerobic Digestion of Organic Waste," in *Solid Waste Management in Rural Areas*, IntechOpen London, 2017, p. 123-143.
- [68] G. Alemayehu, "Co-digestion of municipal organic wastes with night soil and cow dung for biogas production," *African J. Biotechnol.*, vol. 15, pp. 32–44, 2016, doi: 10.5897/AJB2015.14705.
- [69] A. N. Alnakeeb, K. Najim, and A. Ahmed, "Anaerobic digestion of tomato wastes from groceries leftovers : effect of moisture content," *Int. J. Curr. Eng. Technol.*, vol. 7, pp. 1468–1470, 2017.
- [70] I. Siegert and C. Banks, "The effect of volatile fatty acid additions on the anaerobic digestion of cellulose and glucose in batch reactors," vol. 40, pp. 3412–3418, 2005, doi: 10.1016/j.procbio.2005.01.025.
- [71] L. Appels, J. Baeyens, J. Degréve, and R. Dewil, "Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge," vol. 34, pp. 755–781, 2008, doi: 10.1016/j.pecc.2008.06.002.
- [72] O. Yenigün and B. Demirel, "Ammonia inhibition in anaerobic digestion: A review," *Process Biochem.*, vol. 48, pp. 901–911, 2013, doi: 10.1016/j.procbio.2013.04.012.
- [73] C. Voegel, "Impact Biochimique des effluents agricoles et agroindustriels sur les structures/ouvrages en BEtOn dans la filière de valorisation par Méthanisation (ou codigestion anaérobie)," Thèse de doctorat, Université de TOULOUSE, 2017.

- [74] E. Kwietniewska and J. Tys, "Process characteristics, inhibition factors and methane yields of anaerobic digestion process, with particular focus on microalgal biomass fermentation," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 34, pp. 491–500, 2014, doi: 10.1016/j.rser.2014.03.041.
- [75] J. C. Akunna, "Posttreatment, Reuse, and Management of Co-Products," in *Anaerobic Wastewater Treatment and Biogas Plants*, CRC Press, 2018, pp. 73-84.
- [76] J. K. Jiang, "Caractérisation hydrodynamique des réacteurs anaérobies produisant du biogaz et fonctionnant en batch et en continu," Thèse de doctorat, Université de Lorraine, 2014.
- [77] A. Askri, "Valorisation des digestats de méthanisation en agriculture : effets sur les cycles biogéochimiques du carbone et de l'azote," Thèse de doctorat, l'Institut des Sciences et Industries du Vivant et de l'Environnement, 2015.
- [78] J. Lacour, "Valorisation de résidus agricoles et autres déchets organiques par digestion anaérobie en Haïti," Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2012.
- [79] J.-C. Motte, "Digestion anaérobie par voie sèche de résidus lignocellulosiques : Etude dynamique des relations entre paramètres de procédés, caractéristiques du substrat et écosystème microbien," Thèse de doctorat, Université de Montpellier II, 2013.
- [80] R. Sankaran et al., "Recent advances in the pretreatment of microalgal and lignocellulosic biomass: A comprehensive review," *Bioresour. Technol.*, vol. 298, p. 122476, 2019, doi: 10.1016/j.biortech.2019.122476.
- [81] H. Chen et al., "A review on the pretreatment of lignocellulose for high-value chemicals," *Fuel Process. Technol.*, vol. 160, pp. 196–206, 2017, doi: 10.1016/j.fuproc.2016.12.007.
- [82] Y. Zheng, J. Shi, M. Tu, and Y.-S. Cheng, "Principles and development of lignocellulosic biomass pretreatment for biofuels," *Advances in Bioenergy.*, vol. 2, pp. 1-68, 2017.
- [83] M. Jeźdrzejczyk, E. Soszka, M. Czapnik, A. M. Ruppert, and J. Grams, "Physical and chemical pretreatment of lignocellulosic biomass," in *Second and Third Generation of Feedstocks*, Elsevier, 2019, pp. 143-196.
- [84] G. Mussatto, Solange Ines Dragone, "Biomass pretreatment, biorefineries, and potential products for a bioeconomy development," in *Biomass fractionation technologies for a lignocellulosic feedstock based biorefinery*, 2016, pp. 1–22.
- [85] A. Imbert, "Vers une voie de valorisation du hêtre : synthèse de monomères furaniques biosourcés et furfurylation," Thèse de doctorat, Université de Lorraine, 2017.
- [86] M. Djaafri, "Amélioration de la digestion anaérobie des déchets organiques dans un digesteur en continu," Thèse de doctorat, Université Abdelhamid Ibn Badis, 2020.
- [87] G.D.D.S. Gabriela, "Fractionnement par voie sèche de la biomasse lignocellulosique: broyage poussé de la paille de blé et effets sur ses bioconversions," Thèse de doctorat, Académie de MONTPELLIER, 2011.
- [88] A. Sharma and N. K. Aggarwal, *Water Hyacinth: A Potential Lignocellulosic Biomass for Bioethanol*. Springer, 2020.
- [89] N. Mosier et al., "Features of promising technologies for pretreatment of lignocellulosic biomass," *Bioresour. Technol.*, vol. 96, pp. 673–686, 2005, doi: 10.1016/j.biortech.2004.06.025.
- [90] R. Millati, R. Wikandari, T. Ariyanto, and R. Utami, "Pretreatment technologies for anaerobic digestion of lignocelluloses and toxic feedstocks," *Bioresour. Technol.*, vol. 304, p. 122998, 2020, doi: 10.1016/j.biortech.2020.122998.
- [91] S. K. Sharma, I. M. Mishra, M. P. Sharma, and J. S. Saini, "Effect of Particle Size on Biogas Generation from Biomass Residues," *Biomass*, vol. 17, pp. 251–263, 1988.
- [92] I. Angelidaki and B. K. Ahring, "Methods for increasing the biogas potential from the recalcitrant organic matter contained in manure," *Water Sci. Technol.*, vol. 41, pp. 189–194, 2000.
- [93] S. Menardo, G. Airoidi, and P. Balsari, "The effect of particle size and thermal pre-treatment on the methane yield of four agricultural by-products," *Bioresour. Technol.*, vol. 104, pp. 708–714, 2012, doi: 10.1016/j.biortech.2011.10.061.

- [94] N. P. Rodríguez, D. Garcia-Bernet and JM. Domínguez, "Faster methane production after sequential extrusion and enzymatic hydrolysis of vine trimming shoots," *Environ. Chem. Lett.*, vol. 16, pp. 295–299, 2017, doi: 10.1007/s10311-017-0668-5.
- [95] M. Hjorth, K. Gränitz, A. P. S. Adamsen, and H. B. Møller, "Extrusion as a pretreatment to increase biogas production," *Bioresour. Technol.*, vol. 102, pp. 4989–4994, 2011, doi: 10.1016/j.biortech.2010.11.128.
- [96] X. Chen et al., "Enhancing methane production from rice straw by extrusion pretreatment," *Appl. Energy*, vol. 122, pp. 34–41, 2014, doi: 10.1016/j.apenergy.2014.01.076.
- [97] F. Ahmad, E. L. Silva, M. Bernadete, and A. Varesche, "Hydrothermal processing of biomass for anaerobic digestion – A review," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 98, pp. 108–124, 2018, doi: 10.1016/j.rser.2018.09.008.
- [98] G. Di Girolamo, M. Grigatti, L. Barbanti, and I. Angelidaki, "Effects of hydrothermal pretreatments on Giant reed (*Arundo donax*) methane yield," *Bioresour. Technol.*, vol. 147, pp. 152–159, 2013, doi: 10.1016/j.biortech.2013.08.006.
- [99] B. Eduardo et al., "Steam explosion pretreatment improved the biomethanization of coffee husks," *Bioresour. Technol.*, vol. 245, pp. 66–72, 2017, doi: 10.1016/j.biortech.2017.08.110.
- [100] S. S. Hashemi, K. Karimi, and S. Mirmohamadsadeghi, "Hydrothermal Pretreatment of safflower straw to enhance biogas production," *Energy*, vol. 172, pp. 545–554, 2019, doi: 10.1016/j.energy.2019.01.149.
- [101] L. Mailin, L. González, I. Pereda, J. Dewulf, J. Budde, and M. Heiermann, "Effect of liquid hot water pre-treatment on sugarcane press mud methane yield," *Bioresour. Technol.*, vol. 169, pp. 284–290, 2014, doi: 10.1016/j.biortech.2014.06.107.
- [102] X. Kang, Y. Zhang, R. Lin, L. Li, F. Zhen, and X. Kong, "Optimization of liquid hot water pretreatment on Hybrid Pennisetum anaerobic digestion and its effect on energy efficiency," *Energy Convers. Manag.*, vol. 210, p. 112718, 2020, doi: 10.1016/j.enconman.2020.112718.
- [103] J. Lizasoain et al., "Biogas production from reed biomass: Effect of pretreatment using different steam explosion conditions," *Biomass and Bioenergy*, vol. 95, pp. 84–91, 2016, doi: 10.1016/j.biombioe.2016.09.021.
- [104] L. C. Ferreira, A. Donoso-Bravo, P. J. Nilsen, F. Fdz-Polanco, and S. I. Pérez-Elvira, "Influence of thermal pretreatment on the biochemical methane potential of wheat straw," *Bioresour. Technol.*, vol. 143, pp. 251–257, 2013.
- [105] D. Jackowiak, D. Bassard, A. Pauss, and T. Ribeiro, "Optimisation of a microwave pretreatment of wheat straw for methane production," *Bioresour. Technol.*, vol. 102, pp. 6750–6756, 2011, doi: 10.1016/j.biortech.2011.03.107.
- [106] J. Kainthola, M. Shariq, A. S. Kalamdhad, and V. V. Goud, "Enhanced methane potential of rice straw with microwave assisted pretreatment and its kinetic analysis," *J. Environ. Manage.*, vol. 232, pp. 188–196, 2019, doi: 10.1016/j.jenvman.2018.11.052.
- [107] X. Cheng and C. Liu, "Enhanced biogas production from herbal-extraction process residues by microwave-assisted alkaline pretreatment," *Journal Chem. Technol. Biotechnol.*, vol. 85, pp. 127–131, 2010, doi: 10.1002/jctb.2278.
- [108] C. Liu and X. Cheng, "Microwave-assisted acid pretreatment for enhancing biogas production from herbal-extraction process residue," *Energy Fuel*, vol. 23, pp. 6152–6155, 2009, doi: 10.1021/ef900607f.
- [109] P. Bajpai, "Pretreatment of lignocellulosic biomass," in *Pretreatment of Lignocellulosic Biomass For Biofuel Production*, Springer, 2016, pp. 17–70.
- [110] B. Dai and G. Dong, "Comparison of Different Pretreatments of Rice Straw Substrate to Improve Biogas Production," *Waste and Biomass Valorization*, vol. 13, pp. 1503–1512, 2017, doi: 10.1007/s12649-017-9950-9.
- [111] M. Taherdanak and H. Zilouei, "Improving biogas production from wheat plant using alkaline pretreatment," *Fuel*, vol. 115, pp. 714–719, 2014, doi: 10.1016/j.fuel.2013.07.094.

- [112] J. Zhu, C. Wan, and Y. Li, "Enhanced solid-state anaerobic digestion of corn stover by alkaline pretreatment," *Bioresour. Technol.*, vol. 101, pp. 7523–7528, 2010, doi: 10.1016/j.biortech.2010.04.060.
- [113] F. Monlau, A. Barakat, J. P. Steyer, and H. Carrere, "Comparison of seven types of thermochemical pretreatments on the structural features and anaerobic digestion of sunflower stalks," *Bioresour. Technol.*, vol. 120, pp. 241–247, 2012, doi: 10.1016/j.biortech.2012.06.040.
- [114] Z. Song, G. Yang, X. Liu, Z. Yan, Y. Yuan, and Y. Liao, "Comparison of seven chemical pretreatments of corn straw for improving methane yield by anaerobic digestion," *PLoS One*, vol. 9, pp. 1–8, 2014, doi: 10.1371/journal.pone.0093801.
- [115] M. Zheng, X. Li, L. Li, X. Yang, and Y. He, "Enhancing anaerobic biogasification of corn stover through wet state NaOH pretreatment," *Bioresour. Technol.*, vol. 100, pp. 5140–5145, 2009, doi: 10.1016/j.biortech.2009.05.045.
- [116] P. Kumar et al., "Methods for pretreatment of lignocellulosic biomass for efficient hydrolysis and biofuel production methods for pretreatment of lignocellulosic biomass for efficient hydrolysis and biofuel production," *Industrial & engineering chemistry research*, vol. 48, pp. 3713–3729, 2009, doi: 10.1021/ie801542g.
- [117] J. Cheng, X. Liu, and Z. Chen, "Methane production from rice straw hydrolysate treated with dilute acid by anaerobic granular sludge," *Appl Biochem Biotechnol*, vol. 178, pp. 9–20, 2015, doi: 10.1007/s12010-015-1854-1.
- [118] M. Taherdanak, H. Zilouei, and K. Karimi, "The influence of dilute sulfuric acid pretreatment on biogas production from wheat plant," *Int. J. Green Energy*, vol. 5075, pp. 43–83, 2016, doi: 10.1080/15435075.2016.1175356.
- [119] Q. Zhang, L. Tang, J. Zhang, Z. Mao, and L. Jiang, "Optimization of thermal-dilute sulfuric acid pretreatment for enhancement of methane production from cassava residues," *Bioresour. Technol.*, vol. 102, pp. 3958–3965, 2011, doi: 10.1016/j.biortech.2010.12.031.
- [120] G. Antonopoulou and G. Lyberatos, "Effect of Pretreatment of Sweet Sorghum Biomass on Methane Generation," *Waste and Biomass Valorization*, vol. 4, pp. 583–591, 2013, doi: 10.1007/s12649-012-9183-x.
- [121] P. M. Bondesson, M. Galbe, and G. Zacchi, "Ethanol and biogas production after steam pretreatment of corn stover with or without the addition of sulphuric acid," *Biotechnol. Biofuels*, vol. 6, pp. 1–11, 2013, doi: 10.1186/1754-6834-6-11.
- [122] M. Alexandropoulou, G. Antonopoulou, E. Fragkou, I. Ntaikou, and G. Lyberatos, "Fungal pretreatment of willow sawdust and its combination with alkaline treatment for enhancing biogas production," *J. Environ. Manage.*, vol. 203, pp. 704–713, 2016, doi: 10.1016/j.jenvman.2016.04.006.
- [123] X. Ge, T. Matsumoto, L. Keith, and Y. Li, "Fungal Pretreatment of Albizia Chips for Enhanced Biogas Production by Solid-State Anaerobic Digestion," *Energy Fuels*, vol. 29, pp. 200–204, 2015.
- [124] S. Liu, X. Li, S. Wu, and J. He, "Fungal Pretreatment by *Phanerochaete chrysosporium* for Enhancement of Biogas Production from Corn Stover Silage," *Appl Biochem Biotechnol*, vol. 174, pp. 1907–1918, 2014, doi: 10.1007/s12010-014-1185-7.
- [125] A. A. Abul-Soad, S. M. Jain, and M. A. Jatou, "Biodiversity and conservation of date palm," in *Biodiversity and conservation of woody plants*, Springer, 2017, pp. 313–353.
- [126] Pierre Munier, *Le palmier dattier*, Maisonneuv. 1973.
- [127] A. A. Jaradat, "Biodiversity, genetic diversity, and genetic resources of date palm," in *Date palm genetic resources and utilization*, Springer, 2015, pp. 19–71.
- [128] F. Soumaia, "Application de la technique de modélisation de l'architecture du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) pour la caractérisation des cultivars.," Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, 2017.
- [129] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association (APHA), Washington, DC, USA, 1999.
- [130] Standard methods for the examination of water and wastewater. American Public Health Association (APHA), Washington, DC, USA, 1995.

- [131] NREL. NREL/TP-510-42618 analytical procedure - determination of structural carbohydrates and lignin in Biomass. Lab Anal Proced 1998:17. NREL/TP-510-42618.
- [132] I. El Abdi, "Traitement de la biomasse lignocellulosique par le rayonnement Gamma et son effet sur la dégradation de la lignine," Projet de Fin d'Etudes, Université du 7 Novembre à Carthage, 2009.
- [133] L. Sigot, "Epuraton fine des biogaz en vue d'une valorisation énergétique en pile à combustible de type SOFC : Adsorption de l'octaméthylcyclotétrasiloxane et du sulfure d'hydrogène," Thèse de doctorat, Université de Lyon, 2015.
- [134] L. Xin et al., "Feasibility of anaerobic digestion on the release of biogas and heavy metals from rice straw pretreated with sodium hydroxide," *Environmental Science and Pollution Research.*, vol. 26, pp. 19434-19444, 2019.
- [135] J.R. Cheng, X.-M. Liu, and Z.-Y. Chen, "Methane production from rice straw hydrolysate treated with dilute acid by anaerobic granular sludge," *Appl. Biochem. Biotechnol.*, vol. 178, pp. 9–20, 2016.
- [136] D. Wang et al., "Can hydrothermal pretreatment improve anaerobic digestion for biogas from lignocellulosic biomass?," *Bioresour. Technol.*, vol. 249, pp. 117–124, 2018, doi: 10.1016/j.biortech.2017.09.197.
- [137] F. Pellerà, S. Santori, R. Pomi, A. Poletini, and E. Gidarakos, "Effect of alkaline pretreatment on anaerobic digestion of olive mill solid waste," *Waste Manag.*, vol. 58, pp. 160-168, 2016, doi: 10.1016/j.wasman.2016.08.008.
- [138] M. H. Zwietering, I. Jongenburger, F. M. Rombouts, and K. V. 'T riet, "Modeling of the bacterial growth curve," *Appl. Environ. Microbiol.*, vol. 56, pp. 1875–1881, 1990.
- [139] I. S. Budiyo and S. Sunardiono, "Kinetic model of biogas yield production from vinasse at various initial ph : comparison between modified gompertz model and first order kinetic model," *Res. J. Appl. Sci. Eng. Technol.*, vol. 7, pp. 2798–2805, 2014.
- [140] P. Elaiyaraju and N. Partha, "Biogas production from co-digestion of orange peel waste and jatropa de-oiled cake in an anaerobic batch reactor," vol. 11, pp. 3339–3345, 2012, doi: 10.5897/AJB11.2622.
- [141] K. Bousdira, "Valorisation énergétique de la biomasse dans l'écosystème oasien- impact environnemental et socio-economique," Thèse de doctorat, Université M'Hamed Bogara, Boumerdes, 2015.
- [142] K. Bousdira, L. Nouri, and J. Legrand, "Chemical Characterization of Phoenicicole Biomass Fuel in Algerian Oasis : Deglet Nour and Ghars Cultivars Case," *Energy & Fuels.*, vol. 28, pp. 7483-7493, 2014.
- [143] R. Khiari, M. F. Mhenni, M. N. Belgacem, and E. Mauret, "Chemical composition and pulping of date palm rachis and *Posidonia oceanica* – A comparison with other wood and non-wood fibre sources," *Bioresour. Technol.*, vol. 101, pp. 775–780, 2010, doi: 10.1016/j.biortech.2009.08.079.
- [144] N. Saadaoui, A. Rouilly, K. Fares, and L. Rigal, "Characterization of date palm lignocellulosic by-products and self-bonded composite materials obtained thereof," *Mater. Des.*, vol. 50, pp. 302–308, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2013.03.011.
- [145] P. Khristova, O. Kordsachia, and T. O. Khider, "Alkaline pulping with additives of date palm rachis and leaves from Sudan," *Bioresource technology.*, vol. 96, pp. 79-85, 2005, doi: 10.1016/j.biortech.2003.05.005.
- [146] A. Bendahou, A. Dufresne, H. Kaddami, and Y. Habibi, "Isolation and structural characterization of hemicelluloses from palm of *Phoenix dactylifera* L.," *Carbohydr. Polym.*, vol. 68, pp. 601–608, 2007, doi: 10.1016/j.carbpol.2006.10.016.
- [147] V. N. Gunaseelan, "Regression models of ultimate methane yields of fruits and vegetable solid wastes , sorghum and napiergrass on chemical composition," *Bioresour. Technol.*, vol. 98, pp. 1270–1277, 2007, doi: 10.1016/j.biortech.2006.05.014.
- [148] I. Angelidaki and W. Sanders, "Assessment of the anaerobic biodegradability of macropollutants," *Rev. Environ. Sci. Biotechnol.*, vol. 3, pp. 117–129, 2004, doi: 10.1007/s11157-004-2502-3.

- [149] M. V. Reddy, K. Chandrasekhar, and S. V. Mohan, "Influence of carbohydrates and proteins concentration on fermentative hydrogen production using canteen based waste under acidophilic microenvironment," *J. Biotechnol.*, vol. 155, pp. 387-395, 2011.
- [150] D. Elalami et al., "Mild microwaves, ultrasonic and alkaline pretreatments for improving methane production: Impact on biochemical and structural properties of olive pomace," *Bioresour. Technol.*, vol. 155, pp. 387-395, 2020, doi: 10.1016/j.biortech.2019.122591.
- [151] L. Yunqin, W. Dehan, W. Shaoquan, and W. Chummin, "Alkali pretreatment enhances biogas production in the anaerobic digestion of pulp and paper sludge," *J. Hazard. Mater.*, vol. 170, pp. 366-373, 2009, doi: 10.1016/j.jhazmat.2009.04.086.
- [152] E. Us and N. A. Perendeci, "Improvement of methane production from greenhouse residues: Optimization of thermal and H₂SO₄ pretreatment process by experimental design," *Chem. Eng. J.*, vol. 181, pp. 120-131, 2012, doi: 10.1016/j.cej.2011.11.038.
- [153] F. Xu, J. Yu, T. Tesso, F. Dowell, and D. Wang, "Qualitative and quantitative analysis of lignocellulosic biomass using infrared techniques: A mini-review," *Appl. Energy*, vol. 104, pp. 801-809, 2013, doi: 10.1016/j.apenergy.2012.12.019.
- [154] P. Salehian, K. Karimi, H. Zilouei, and A. Jeyhanipour, "Improvement of biogas production from pine wood by alkali pretreatment," *Fuel*, vol. 106, pp. 484-489, 2013, doi: 10.1016/j.fuel.2012.12.092.
- [155] D. Y. Corredor, J. M. Salazar, K. L. Hohn, S. Bean, B. Bean, and D. Wang, "Evaluation and Characterization of Forage Sorghum as Feedstock for Fermentable Sugar Production," *Applied biochemistry and biotechnology*, vol. 158, pp. 164-179, 2009, doi: 10.1007/s12010-008-8340-y.
- [156] A. Chufu, H. Yuan, D. Zou, Y. Pang, and X. Li, "Biomethane production and physicochemical characterization of anaerobically digested teff (*Eragrostis tef*) straw pretreated by sodium hydroxide," *Bioresour. Technol.*, vol. 181, pp. 214-219, 2015, doi: 10.1016/j.biortech.2015.01.054.
- [157] H. K. Ahn, M. C. Smith, S. L. Kondrad, and J. W. White, "Evaluation of biogas production potential by dry anaerobic digestion of switchgrass – animal manure mixtures," *Appl Biochem Biotechnol*, vol. 160, pp. 965-975, 2010, doi: 10.1007/s12010-009-8624-x.
- [158] Y. Yao et al., "Anaerobic digestion of poplar processing residues for methane production after alkaline treatment," *Bioresour. Technol.*, vol. 134, pp. 347-352, 2013, doi: 10.1016/j.biortech.2012.12.160.
- [159] E. Antwi, N. Engler, M. Nelles, and A. Schüch, "Anaerobic digestion and the effect of hydrothermal pretreatment on the biogas yield of cocoa pods residues," *Waste Manag.*, vol. 88, pp. 131-140, 2019, doi: 10.1016/j.wasman.2019.03.034.
- [160] E. S. Gaballah, A. E. Abomohra, C. Xu, and M. Elsayed, "Enhancement of biogas production from rape straw using different co-pretreatment techniques and anaerobic co-digestion with cattle manure," *Bioresour. Technol.*, vol. 309, p. 123311, 2020, doi: 10.1016/j.biortech.2020.123311.
- [161] E. Us and N. A. Perendeci, "Improvement of methane production from greenhouse residues : Optimization of thermal and H₂SO₄ pretreatment process by experimental design," *Chem. Eng. J.*, vol. 181, pp. 120-131, 2012, doi: 10.1016/j.cej.2011.11.038.
- [162] X. Kang, Y. Sun, L. Li, X. Kong, and Z. Yuan, "Improving methane production from anaerobic digestion of Pennisetum Hybrid by alkaline pretreatment," *Bioresour. Technol.*, vol. 255, pp. 205-212, 2018, doi: 10.1016/j.biortech.2017.12.001.
- [163] D. Wang, P. Ai, L. Yu, Z. Tan, and Y. Zhang, "Comparing the hydrolysis and biogas production performance of alkali and acid pretreatments of rice straw using two-stage anaerobic fermentation," *Biosyst. Eng.*, vol. 132, pp. 47-55, 2015.
- [164] G. Buitrón, A. Hernández-Juárez, M. D. Hernández-Ramírez, and A. Sánchez, "Biochemical methane potential from lignocellulosic wastes hydrothermally pretreated," *Ind. Crops Prod.*, vol. 139, p. 111555, 2019.
- [165] N. Lahboubi *et al.*, "Methane production from mesophilic fed-batch anaerobic digestion of empty fruit bunch of palm tree," *Biomass Convers. Biorefinery.*, pp. 1-10, 2020, doi: 10.1007/s13399-020-00864-1.

- [166] J. Kainthola, M. Shariq, A. S. Kalamdhad, and V. V. Goud, "Comparative study of different thermal pretreatment techniques for accelerated methane production from rice straw," *Biomass Convers. Biorefinery.*, vol. 11, pp. 1145–1154, 2019, doi: 10.1007/s13399-019-00537-8.
- [167] L. F. Andersen, S. Parsin, O. Lüdtke, and M. Kaltschmitt, "Biogas production from straw—the challenge feedstock pretreatment," *Biomass Convers. Biorefinery.*, pp. 1–24, 2020, doi: 10.1007/s13399-020-00740-y.
- [168] T. Liu, X. Zhou, Z. Li, X. Wang, and J. Sun, "Effects of liquid digestate pretreatment on biogas production for anaerobic digestion of wheat straw," *Bioresour. Technol.*, vol. 280, pp. 345–351, 2019, doi: 10.1016/j.biortech.2019.01.147.
- [169] F. Wang et al., "Enhancing biogas production of corn stover by fast pyrolysis pretreatment," *Bioresour. Technol.*, vol. 218, pp. 731–736, 2016, doi: 10.1016/j.biortech.2016.07.025.
- [170] H. Şenol, "Biogas potential of hazelnut shells and hazelnut wastes in Giresun City," *Biotechnol. Reports*, vol. 24, p. e00361, 2019, doi: 10.1016/j.btre.2019.e00361.
- [171] C. Xiang et al., "Why can hydrothermally pretreating lignocellulose in low severities improve anaerobic digestion performances?," *Sci. Total Environ.*, vol. 752, p. 141929, 2021, doi: 10.1016/j.scitotenv.2020.141929.
- [172] L. C. Gopal et al., "Optimization strategies for improved biogas production by recycling of waste through response surface methodology and artificial neural network: Sustainable energy perspective research," *Journal of King Saud University-Science.*, vol. 33, pp. 101241, 2021.
- [173] R. Dune, A. Cayetano, A. Tobby, G. Kumar, J. Seok, and S. Kim, "Optimization of soaking in aqueous ammonia pretreatment for anaerobic digestion of African maize bran," *Fuel*, vol. 253, pp. 552–560, 2019, doi: 10.1016/j.fuel.2019.05.051.
- [174] J. Kainthola, A. S. Kalamdhad, and V. V. Goud, "Optimization of methane production during anaerobic co-digestion of rice straw and hydrilla verticillata using response surface methodology," *Fuel*, vol. 235, pp. 92–99, 2019, doi: 10.1016/j.fuel.2018.07.094.
- [175] A. Dasgupta and M. K. Chandel, "Enhancement of biogas production from organic fraction of municipal solid waste using hydrothermal pretreatment," *Bioresour. Technol. Reports*, vol. 7, p. 100281, 2019, doi: 10.1016/j.biteb.2019.100281.

PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS

❖ **Publications internationales**

Ikram Mehrez, K. Chandrasekhar, Woojoong Kim, Sang-Hyoun Kim, Gopalakrishnan Kumar «Comparison of alkali and ionic liquid pretreatment methods on the biochemical methane potential of date palm waste biomass», *Bioresource Technology*, pp. 127505, 2022.

Ikram Mehrez, Sutha Shobana, Georgeio Semaan, Sang-Hyoun Kim, Gopalakrishnan Kumar «Biomass Based Bioenergy: Technologies and Impact on Environmental Sustainability», *Korean Society of Environmental Engineers*, vol. 44, pp. 1-12, 2022; <https://doi.org/10.4491/KSEE.2022.44.1.1>

Ikram Mehrez, Mohammed Djaafri, Georgeio Semaan, Manju Sapkota, Oussama Kheireddine Nehar, Slimane Kalloum, Gopalakrishnan Kumar «Influence of dilute acid, alkali and hydrothermalpretreatments on methane improvement from datepalm waste “Takarboucht” cultivar » *Biomass Conversion and Biorefinery*, pp. 1-11, 2021.

K Chandrasekhar, **Ikram Mehrez**, Gopalakrishnan Kumar, Sang-Hyoun Kim «Relative evaluation of acid, alkali, and hydrothermal pretreatment influence on biochemical methane potential of date biomass», *The Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 9, pp. 106031, 2021.

K Chandrasekhar, Roent Dune A Cayetano, **Ikram Mehrez**, Gopalakrishnan Kumar, Sang-Hyoun Kim «Evaluation of the biochemical methane potential of different sorts of Algerian date biomass», *Environmental Technology & Innovation*, vol. 20, pp. 101180, 2020.

Ikram Mehrez, Slimane Kalloum, Omar Khelifi «Study of biogas production from lagooning sludge by anaerobic », *Journal of Materials, Processes and Environment*, vol. 5, pp. 6, 2017.

❖ **Communication internationales**

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.

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.

Conférence Internationale sur les Matériaux, le Patrimoine et l'Environnement en Zones Arides Université Ahmed DRAIA, Adrar 17 & 18 février 2019. «Biogas production from mesophilic anaerobic digestion of sewage sludge» **Ikram Mehrez**, Slimane Kalloum, Omar Khelifi.

Conférence Internationale sur les Matériaux, le Patrimoine et l'Environnement en Zones Arides Université Ahmed DRAIA, Adrar 17 & 18 février 2019. «Anaerobic digestion of sewage sludge from the lagooning plant in the Adrar city» **Ikram Mehrez**, Slimane Kalloum, Omar Khelifi.