

UNIVERSITE DE LIMOGES
ECOLE DOCTORALE Science – Technique – Santé
Faculté des Sciences et Techniques

Année : 2007

Thèse N°: 9

Thèse

pour obtenir le grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES

Discipline : Chimie et Microbiologie de l'Eau

présentée et soutenue par

Christophe JAMMES

le 23 mars 2007

**CO-VALORISATION D'EFFLUENTS GRAISSEUX ET DE
RESIDUS LIGNOCELLULOSIQUES :
DESHYDRATATION MECANIQUE ET COMPOSTAGE**

Thèse dirigée par : Michel BAUDU
Co-directeur : Serge CHAMBON

JURY :

M. Pierre LE CLOIREC :
M. Rémy GOURDON :

Professeur, ENSC Rennes
Professeur, INSA Lyon

M. Christophe DAGOT :
M. Jean-Pierre DELTREIL :
M. Valdemar FERNANDES :
M. Michel BAUDU :
M. Serge CHAMBON :

Professeur, Université de Limoges
Directeur commerciale, Faure Equipements
Directeur Adjoint Exploitation, SEDE, Arras
Professeur, GRESE Université de Limoges
Maître de conférences, ENSI Limoges

UNIVERSITE DE LIMOGES
ECOLE DOCTORALE Science – Technique – Santé
Faculté des Sciences et Techniques

Année : 2007

Thèse N°: 9

Thèse

pour obtenir le grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES

Discipline : Chimie et Microbiologie de l'Eau

présentée et soutenue par

Christophe JAMMES

le 23 mars 2007

**CO-VALORISATION D'EFFLUENTS GRAISSEUX ET DE
RESIDUS LIGNOCELLULOSIQUES :
DESHYDRATATION MECANIQUE ET COMPOSTAGE**

Thèse dirigée par : Michel BAUDU
Co-directeur : Serge CHAMBON

JURY :

M. Pierre LE CLOIREC :
M. Rémy GOURDON :

Professeur, ENSC Rennes
Professeur, INSA Lyon

M. Christophe DAGOT :
M. Jean-Pierre DELTREIL :
M. Valdemar FERNANDES :
M. Michel BAUDU :
M. Serge CHAMBON :

Professeur, Université de Limoges
Directeur commerciale, Faure Equipements
Directeur Adjoint Exploitation, SEDE, Arras
Professeur, GRESE Université de Limoges
Maître de conférences, ENSI Limoges

Remerciements

Ce travail de recherche réalisé dans le cadre d'un partenariat entre une entreprise locale du limousin et l'Université de Limoges est une réelle chance pour moi. Je tiens à saluer cette initiative commune et tout particulièrement les responsables de ces structures pour la confiance qu'ils ont pu me témoigner.

Je remercie profondément Monsieur Michel BAUDU, Professeur de l'Université de Limoges pour avoir dirigé ce travail et pour l'intérêt constant qu'il a porté à ce sujet de recherche. Je souhaiterais ici lui témoigner ma sincère reconnaissance pour tous les conseils et les remarques objectives qu'il m'a apportés.

Ces remerciements s'adresse tout particulièrement à deux personnes qui, depuis mon arrivée sur Limoges, m'ont apporté leur confiance et leur soutien dans mes choix. Je tiens à remercier Monsieur Serge CHAMBON, Maître de Conférences à l'Université de Limoges, sans qui ce projet n'aura pu être entrepris. Ses conseils et sa franchise m'ont permis non seulement de mener à bien ce travail mais surtout d'acquérir de nombreuses et précieuses connaissances. Mes plus sincères remerciements également à Jean-Pierre DELTREIL, Directeur commercial Faure Equipements, pour m'avoir transmis une grande partie de son savoir mais aussi pour sa participation dans ce travail et la confiance future qu'il m'a accordé.

Je remercie mes rapporteurs pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'évaluer ce travail, je remercie Messieurs Remy GOURDON, Professeur à Institut National des Sciences Appliqués (INSA) de Lyon, et Pierre LECLOIREC, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie (ENSC) de Rennes.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur Valdemar FERNANDES, Directeur adjoint exploitation SEDE pour l'intérêt qu'ils ont accordé à ce travail en acceptant de le juger. Les relations entreprises au cours de cette thèse avec SEDE et plus particulièrement Monsieur FERNANDES ont été des plus intéressantes et enrichissantes.

J'adresse également de chaleureux remerciements à Monsieur Christophe DAGOT, Professeur de l'Université de Limoges, pour son implication d'une part dans l'évaluation de mon travail mais également pour sa présence au cours de ces années de recherches au sein du

laboratoire, sa jovialité et bonne humeur chaque jour ont permis de créer une ambiance de travail des plus agréables.

Je n'oublie pas de remercier Monsieur Philippe BRESSOLLIER, Maître de conférences à l'Université de Limoges et Monsieur François LOUVET, Professeur Agrégé à l'ENSCI, pour l'aide qu'ils m'ont apportée dans ce travail.

Une profonde pensée également mes partenaires de thèses avec qui nous avons passé de merveilleux moments, d'énormes remerciements à Céline, Virginie, les Audrey, Martin, Jérôme, Mostafa et biens tous les autres. Je n'oublie bien évidemment pas tous les membres du laboratoire, qui ont tous participé à créer un magnifique cadre de travail.

Je salue l'équipe de Faure Equipements pour toutes les bonnes choses que nous avons vécues ensemble pendant ces trois ans. Sans oublier notre Directeur à tous, Jacques DUDOGNON, pour les petits moments de détente à discuter de tout et de rien.

Enfin, je ne pourrais oublier de remercier ma famille, mes parents, mon petit ange et doudou pour leur soutien tout au loin de cette épreuve dans les meilleurs et plus difficiles moments.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	1
PARTIE 1 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	5
1. LES LIPIDES	7
1.1. Définition	7
1.2. Les lipides vrais	8
1.2.1. Les acides gras	8
1.2.2. Les acides gras saturés	9
1.2.3. Les acides gras insaturés	10
1.2.4. Caractérisation des acides gras	10
1.2.5. Les triglycérides	12
1.3. Les constituants mineurs	16
1.3.1. Les phospholipides.	16
1.3.2. Les stérols.	16
1.3.3. Les tocophérols.	17
1.4. Dégradation des lipides	17
1.5. Gisement graisseux en France et ses nuisances	19
1.5.1. Définition du gisement graisseux	19
1.5.2. Evaluation des quantités.	19
1.5.3. Nuisances engendrées par les graisses.	20
1.5.4. Recensement des principales techniques de traitement des graisses	21
2. ADJUVANTS LIGNOCELLULOSIQUES	27
2.1. Les fibres de bois	27
2.2. Bois dur et bois tendre	28
2.3. Propriétés physiques	29
2.3.1. Gravité spécifique	29
2.3.2. Contenu en humidité du bois	29
2.4. Composition chimique	30
2.4.1. La cellulose	30
2.4.2. La lignine	31
2.4.3. L'hémicellulose	32
2.4.4. Les composés inorganiques	33
2.5. La problématique des sciures	34
2.5.1. Evaluation du marché du bois en France	34
2.5.2. Etat des lieux de la réglementation française sur les déchets ligneux	35
2.5.3. Déchets et produits connexes de la filière bois	36
2.5.4. Valorisation actuelle	37
2.5.5. Principales applications en filtration	37
2.5.6. Caractéristique des adjuvants lignocellulosiques pour la filtration	38

3. LA FILTRATION	39
3.1. Définition	39
3.2. Les techniques de déshydratation mécanique	39
3.2.1. Filtre continu (Mériguet, 1997)	39
3.2.2. Filtre discontinu	42
3.3. Théorie de la filtration	44
3.3.1. Définition	44
3.3.2. Mise en équation du phénomène de filtration/compression	46
3.4. Filtration sous pression	47
3.4.1. Gâteaux compressibles et incompressibles	47
3.4.2. Variation de pression totale	48
3.4.3. Cas de gâteau incompressible	50
3.4.4. Gâteau et milieu / résistance de la toile	50
3.7. Mesure des propriétés de compression	55
3.4.5. Résistances spécifique et hydraulique des boues organiques	57
4. LE COMPOSTAGE	58
4.1. Qu'est ce que le compostage ?	58
4.1.1. Définition	58
4.1.2. Déroulement du compostage	59
4.2. Paramètres physico-chimiques classiques du compostage	60
4.2.1. Généralités	60
4.2.2. Paramètres physiques	61
4.2.3. Paramètres chimiques	64
4.3. Le co-compostage de boue d'épuration graisseuse	66
4.3.1. Pratique du compostage des boues d'épuration	66
4.3.2. Eléments indicateur de la dégradation : les lipides	66
4.3.3. Processus d'humification	67
4.3.4. Maturité du compost	68
5. CONCLUSION SUR L'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	69
PARTIE 2 : DESHYDRATATION DES BOUES GRAISSEUSES	71
1. MATERIELS ET METHODES D'ANALYSES	73
1.1. Produits et réactifs	73
1.1.1. Boues traitées	73
1.1.2. Flocculants	73
1.1.3. Adjuvants lignocellulosiques	74
1.1.4. CST-mètre	75
1.1.5. Toiles de filtration	76
1.1.6. Cellule de filtration-compression	77
1.2. Critères de mesure de la qualité de la filtration	78
1.2.1. Mesure du rapport d'humidité	78
1.2.2. Détermination du temps de filtration	79
1.2.3. Evaluation de la résistance spécifique à la filtration	79
1.2.4. Evaluation de la qualité du décollement du gâteau sur la toile	81

1.3. Méthodes statistiques	81
1.3.1. Analyse du procédé à l'aide de plans d'expériences	81
1.3.2. Recherche stratégique d'optimisation	84
2. RESULTATS ET DISCUSSIONS	87
2.1. Etude de l'effet des flocculants	87
2.1.1. Influence du dosage des flocculants	87
2.1.2. Résistance des floccs au cisaillement	87
2.2. Mise en place des plans d'expériences	88
2.2.1. Choix des réponses	88
2.2.2. Facteurs et modalités	89
2.3. Etude du plan de Plackett et Burman	91
2.3.1. Définition du plan d'expérimentation	91
2.3.2. Analyse globale des résultats	92
2.4. Etude du plan de Rechtschaffner	95
2.4.1. Mise en place et objectif du plan d'expérimentation	95
2.4.2. Analyse globale des résultats d'essais	95
2.4.3. Analyse graphique du modèle	97
2.4.4. Choix des valeurs expérimentales	103
2.4.5. Conclusions	104
2.5. Optimisation du procédé	105
2.5.1. Mise au point d'une poudre de bois spécifique au traitement des graisses : essai sur une boue synthétique	105
2.5.2. Influence du ratio et de l'essence de bois utilisée pour le conditionnement de boues industrielles	111
2.5.3. Influence de la granulométrie de la poudre de bois pour le conditionnement de boues industrielles	114
3. CONCLUSION GENERALE	118
PARTIE 3 : VALORISATION PAR CO-COMPOSTAGE DES BOUES GRAISSEUSES APRES DESHYDRATATION	121
1. MATERIELS ET METHODES DE COMPOSTAGE	123
1.1. But et principe de l'étude	123
1.2. Substrats de compostage	123
1.3. Méthode de compostage	124
1.3.1. Compostage en réacteur de laboratoire	124
1.3.2. Compostage en andain	126
1.4. Caractérisation physico-chimique	127
1.4.1. Mesures des paramètres physiques	127
1.4.2. Matière organique	128
1.4.3. Matière minérale	128
1.5. Caractérisation de la matière organique au cours du compostage	128
1.5.1. Introduction	128
1.5.2. Etude des lipides lors du compostage	128
1.5.3. Méthode de mesure des produits de décomposition	133

1.6. Stabilité du compost	136
1.6.1. Principe d'évaluation	136
1.6.2. Fractionnement de la matière organique en acides humiques et acides fulviques	136
1.6.3. Test de maturité et de phytotoxicité	137
2. RESULTATS ET DISCUSSIONS	139
2.1. Compost de laboratoire	139
2.1.1. But et principe de l'étude laboratoire	139
2.1.2. Caractéristiques physico-chimiques classiques des composts	139
2.2. Analyse et suivi des lipides au cours du processus	144
2.2.1. Aspect quantitatif des lipides	144
2.2.2. Aspect qualitatif des lipides	147
2.3. Etudes des réactions stoechiométriques de l'évolution du compost	150
2.3.1. Evolution de la structure élémentaire au cours du processus de compostage	150
2.3.2. Analyse des groupements atomiques fictifs	154
2.3.3. Conclusion de l'analyse physico-chimique du co-compostage	161
2.4. Compost en andains	162
2.5. Humification de la matière organique lors de la maturation	166
2.5.1. Résultats du protocole de fractionnement des acides humiques et fulviques	166
2.5.3. Test d'auto-échauffement	169
2.5.2. Test du cresson	170
3. CONCLUSION : POTENTIELS INDUSTRIELS DU CO-COMPOSTAGE DE BOUES GRAISSEUSES	172
CONCLUSION GENERALE	175
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	179

Sommaire des figures

Figure 1	Formule semi-développée des triglycérides	12
Figure 2	Température de fusion des acides gras saturés (Bellon, 2004)	15
Figure 3	Formule développée d'un phospholipide	16
Figure 4	Schéma des différentes voies de dégradation des lipides.....	17
Figure 5	Cycle de la β -oxydation des acides gras (Overath et al., 1969).	18
Figure 6	Structure du bois, observations multi échelles (Harrington, 1998).....	27
Figure 7	Caractéristique physique du bois selon son humidité	30
Figure 8	Structure moléculaire et arrangement spatial de la cellulose	31
Figure 9	Structure moléculaire de la lignine.....	32
Figure 10	Structure moléculaire de l'hémicellulose.....	33
Figure 11	Récolte totale commercialisée de l'exploitation forestière en 2003 (donnée en Mm^3) (Source : SCEES / Agreste « production de bois et sciage 2003 », AFOCEL 2005)....	35
Figure 12	Principe d'un filtre presse à plateaux chambrés.....	43
Figure 13	Principe de fonctionnement du filtre-presse à plateaux membrane	44
Figure 14	Description des étapes lors d'une filtration sous pression d'une suspension floculée (Bürgera et al., 2001) avec Φ la concentration volumétrique du solide, h la hauteur du piston et l l'épaisseur du gâteau.	45
Figure 15	Grandes étapes et évolutions de la matière au cours du compostage adapté de Francou (2003).	60
Figure 16	Principe du CST d'après G.H. Meeten & J.B.A.F. Smeulders (1995).....	75
Figure 17	Observation microscopique du tressage des toiles de filtration, à gauche une toile monofilament et à droite une toile multifilament (source www.sefar-fyltis.com).....	77
Figure 18	Schéma de l'installation de la cellule de filtration-compression couplée avec une acquisition informatique.....	78
Figure 19	Représentation graphique t/V en fonction de V avec représentation des différentes phases de filtration (Boerlage et al., 2003 ; Schippers & Verdouw, 1980).....	79
Figure 20	Mesure CST en fonction de la dose de différents floculants cationiques ajoutée	87
Figure 21	Evolution de l'indice de CST de l'effluent standard floculée par cisaillement ...	88
Figure 22	Classification des paramètres de filtration établie d'après le produit obtenu par les réponses aux questionnaires	90

Figure 23	Représentation graphique des effets moyens des facteurs en fonction de la réponse « rapport d'humidité ».	93
Figure 24	Représentation graphique des effets moyens des facteurs en fonction de la réponse « résistance spécifique ».	94
Figure 25	Observation visuelle de la qualité de décollement du gâteau sur la toile après la filtration.	96
Figure 26	Tracé des effets moyens des facteurs pour la réponse « Rapport d'humidité ».	98
Figure 27	Diagramme des estimations des coefficients.	98
Figure 28	Représentation du couplage entre les effets des facteurs Essence et Contact pour la réponse « Rapport d'humidité ».	99
Figure 29	Tracé des effets moyens des facteurs pour la réponse « Résistance spécifique »	100
Figure 30	Diagramme des estimations des coefficients pour la réponse « Résistance spécifique ».	100
Figure 31	Représentation du couplage entre les effets des facteurs granulométrie et Contact pour la réponse « Résistance spécifique » (b1.2).	101
Figure 32	Représentation du couplage entre les effets des facteurs Essence et Contact pour la réponse « Résistance spécifique » (b3.4).	102
Figure 33	Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois dur utilisée sur la boue synthétique.	105
Figure 34	Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois tendre utilisée sur la boue synthétique.	106
Figure 35	Effet de la granulométrie des poudres de bois sur le temps de filtration de la boue synthétique.	107
Figure 36	Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction du temps de contact entre la boue synthétique et la poudre de bois, sous agitation avant filtration.	108
Figure 37	Variation du temps de filtration suivant le temps de contact entre la boue synthétique et la poudre de bois avant filtration.	108
Figure 38	Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité suivant le pourcentage de poudre de bois ajouté en fonction de la matière sèche de la boue synthétique	109
Figure 39	Variation du temps de filtration selon le conditionnement appliqué à la boue, dosage en pourcentage par rapport à la matière sèche de la boue synthétique.	110

Figure 40	Variation de la résistance spécifique et du rapport d'humidité du gâteau de filtration en fonction de la fraction massique de poudre de bois ajoutée à la boue A.....	112
Figure 41	Temps de filtration en fonction de la fraction massique de poudre de bois ajoutée suivant la matière sèche contenue dans la boue A	112
Figure 42	Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité pour les deux types d'essence de bois, en fonction de la fraction massique de poudre de bois ajoutée à la boue B	113
Figure 43	Temps de filtration pour les deux types d'essence de bois, en fonction de la fraction massique de poudre de bois ajoutée à la boue B.....	113
Figure 44	Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois dur utilisée sur la boue A.....	114
Figure 45	Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois tendre utilisée sur la boue A	115
Figure 46	Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois dur utilisée sur la boue B	116
Figure 47	Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois tendre utilisée sur la boue B	116
Figure 48	Protocole de conditionnement des boues grasses selon le taux de graisse constituant la matière sèche.....	119
Figure 49	Schéma du système de compostage en laboratoire	124
Figure 50	plan de la plate-forme de compostage expérimentale avec l'implantation des andains.	126
Figure 51	Représentation schématique d'un andain permettant le calcul du volume.	127
Figure 52	Protocole d'extraction des lipides par la méthode de Folch (1957).....	130
Figure 53	Protocole d'esters méthylation des AGL	131
Figure 54	Relevés des températures pour différents composts en réacteurs.	140
Figure 55	Evolution de la matière organique pour les quatre composts au cours des différentes phases du processus.....	141
Figure 56	Mesures des taux de dégradation de la matière au cours du compostage	141
Figure 57	Evolution du rapport carbone sur azote des composts	142
Figure 58	Relevés des pH des composts lors des différentes phases significatives du processus	143

Figure 59	Evolution de la teneur en acides gras libres (AGL) et triglycérides (TG) au cours du compostage des mélanges	145
Figure 60	Relevés des températures pour différents composts en réacteurs.	146
Figure 61	Evolution moyenne des chaînes d'acides gras libres lors du compostage	147
Figure 62	Evolution moyenne des chaînes d'acides gras totaux lors du compostage	147
Figure 63	Evolution moyenne des principales chaînes d'acides gras : répartition en pourcentage	148
Figure 64	Evolution moyenne des principales chaînes d'acides gras : répartition massique	149
Figure 65	Evaluation de la transformation des AGL au cours du temps.....	149
Figure 66	Evaluation de la transformation des AGT au cours du temps.....	150
Figure 67	Evolution des éléments majeurs et de la matière minérale des composts au cours des principales phases du processus.....	151
Figure 68	Répartition des éléments entre la fraction disparue et restante pour le compost de déchets verts	152
Figure 69	Répartition des éléments entre la fraction disparue et restante pour le compost de déchets verts avec 20 % de gâteau de filtration	152
Figure 70	Répartition des éléments entre la fraction disparue et restante pour le compost de déchets verts avec 40 % de gâteau de filtration	153
Figure 71	Répartition des éléments entre la fraction disparue et restante pour le compost de déchets verts avec 60 % de gâteau de filtration	153
Figure 72	Evolution de l'aromaticité des composés par la mesure du carbone isolé Csec.	154
Figure 73	Evolution de l'indice de l'état d'oxydation de la matière dans les trois fractions composant les différentes étapes du procédé de compostage.	155
Figure 74	Evolution de l'indice de l'état d'oxydation du carbone pour les différents composts.	156
Figure 75	Suivi de l'indice de l'état d'hydratation du carbone par l'évaluation du rapport CH ₂ O/Ct.	158
Figure 76	Suivi du rapport CH ₂ O/Csec des composts en comparaison avec les valeurs de la lignine et de la cellulose.	158
Figure 77	Pourcentage de dégradation et de formation des différents groupements atomiques fictifs entre deux étapes du procédé.....	159

Figure 78	Suivis des paramètres chimiques des andains au cours des 12 semaines du processus.	163
Figure 79	Relevés des températures moyennes des andains	164
Figure 80	Suivi du pH et de la perte de volume des andains.....	165
Figure 81	Suivi des teneurs en carbone organique total issue du protocole de fractionnement des acides fulviques et acides humiques dans les composts	167
Figure 82	Evolution de la répartition entre AH, AF et biomolécules au cours du compostage	168
Figure 83	Evolution du rapport d'humification au cours des phases de compostage	169
Figure 84	Résultats du test d'auto-échauffement par réhumidification.....	170

Sommaire des tableaux

Tableau 1.	Principaux acides gras saturés.....	9
Tableau 2.	Principaux acides gras insaturés.....	10
Tableau 3.	Distribution (mole %) des acides gras présents, sur chaque position dans les triglycérides de différentes graisses végétales et animales (Schmitz & Bresson, 1994).....	13
Tableau 4.	Propriétés de différentes essences (Jodin, 1994).....	28
Tableau 5.	Composition typique de bois de résineux et feuillus.....	34
Tableau 6.	Listes des flocculants testés sur l'effluent standard	74
Tableau 7.	Paramètres et modalités appliqués aux essais pour l'étude du temps de contact de la poudre de bois avec la boue avant filtration	85
Tableau 8.	Paramètres et modalités appliqués aux essais pour l'étude de la spécificité de la poudre de bois	85
Tableau 9.	Paramètres et modalités appliqués aux essais pour l'étude du taux d'adjonction de la poudre de bois.....	86
Tableau 10.	Description de l'ensemble des paramètres de filtration retenue pour l'étude ..	89
Tableau 11.	Définition des modalités pour chaque paramètre retenu	90
Tableau 12.	Plan d'expérimentation basé sur le modèle de Plackett et Burman.	91
Tableau 13.	Deuxième plan d'expérience de Plackett et Burman	92
Tableau 14.	Résultats du plan d'expérience pour les réponses de résistance spécifique et de rapport d'humidité.....	93
Tableau 15.	Plan d'expérimentation basé sur le modèle de Rechtschaffner.....	95
Tableau 16.	Résultats du plan d'expérimentation basé sur le modèle de Rechtschaffner ...	96
Tableau 17.	Résultats de l'expérience optimale sur les sept essais réalisés.....	103
Tableau 18.	Caractéristiques des boues étudiées	111
Tableau 19.	Groupements atomiques fictifs et leurs rapports dans la cellulose et la lignine.	136
Tableau 20.	Test d'auto-échauffement de Dewar, estimation et description de la classification d'un compost basé sur le système européen	137
Tableau 21.	Récapitulatifs des conclusions de dégradation de la cellulose et de la lignine des quatre essais.	161
Tableau 22.	Résultats du test du cresson pour les deux andains.....	170

Abréviation

AF : Acide Fulvique

AFNOR : Association Française de NORmalisation

AGL : acide gras libre

AGT : acide gras totaux

AH : Acide Humique

AZOTE KJELDAHL : Représente la somme de l'azote organique et de l'azote ammoniacal (NH₄⁺)

CL Lignine : Chaînes latérales constituant la lignine

CPG : Chromatographie en Phase Gazeuse

CST : Capillary Suction Time

Ct : Carbone total

Cx : indice d'oxydation du carbone

DV : Déchets Verts

FCQAO : German Federal Compost Quality Assurance Organisation

GAF : groupement atomique fictif

GF : Gâteau de Filtration

H% : Pourcentage d'Humidité

MM : Matière Minérale

MO : Matière Organique

MOT% : Pourcentage de Matière Organique Totale

MS : Pourcentage de Matière Sèche

P.C.I : Pouvoir Calorifique Inférieur

RAPPORT C/N : rapport Carbone organique/ Azote kjeldhal

RH : Rapport d'humification correspondant au rapport de la teneur en AH sur AF

SPPS : Société Parisienne Productrice de Sciures

TG : triglycérides

Nomenclature

Q débit de filtrat, m^3/s

S surface filtrante, m^2

k perméabilité du média filtrant, m^2

u débit de filtrat par unité de surface, $m^3/m^2.s$

μ viscosité dynamique du filtrat, Pa.s

P pression, Pa

z épaisseur du milieu poreux, m

α résistance spécifique du gâteau, m/kg

w masse de gâteau sec par unité de surface déposé sur une hauteur z, kg/m^2

ρ_s densité du solide contenu dans le gâteau, kg/m^3

ε porosité du gâteau, volume des vides par unité de volume de gâteau

R_c résistance du gâteau, m^{-1}

R_m résistance de la membrane, m^{-1}

L épaisseur du gâteau, m

D_p diamètre des particules, μm

Φ_s facteur volumétrique de forme, -

v_p le volume d'une particule, m^3

s_p la surface d'une particule, m^2

V le volume de filtrat, m^3

m_c masse de solide dans le gâteau, kg

m masse de solide dans le gâteau, kg

δ_c épaisseur du gâteau, m

p' pression à la limite entre le gâteau et la toile, Pa

p_a pression à l'entrée du filtre, Pa

p_p pression à la sortie du filtre, Pa

K perméabilité du gâteau, m^2

k_c coefficient remplaçant 4,17

P pression appliquée dans le filtre, Pa

n_p le nombre de pores par unité de surface

ε_m porosité de la membrane

S_m superficie spécifique, m^2

r_p rayon des pores de la toile, μm

ε_c la fraction des vides dans le gâteau

S_c superficie des solides par unité de volume de solide dans le gâteau, m^2

α_c résistance spécifique du gâteau par unité d'épaisseur, m/kg

d_p diamètre des particules, μm

ρ_p densité des particules

c masse de particules déposée par unité de volume de filtrat, kg/m^3

c_F concentration en solide dans la boue kg/m^3

m_F masse du gâteau humide, kg

m_C masse du gâteau sec, kg

α_0 résistance spécifique pour une prion donnée, $m/kg.kPa^n$

n facteur de compressibilité

P_s pression de compression agissant sur le gâteau dans la cellule de filtration, Pa

Introduction générale

L'Homme et l'opinion publique mondiale sont amenés à s'interroger sur la qualité de son milieu de vie qui se dégrade à vitesse exponentielle et remet en question le développement possible des générations futures. De grandes réflexions mondiales sur l'environnement et sa préservation vont permettre en 1987 la rédaction d'un rapport du Programme des Nations Unies pour l'Environnement (PNUE, crée à Stockholm en 1972). Ce texte met en avant la notion du développement durable, et propose de tout mettre en oeuvre pour assurer « un développement qui répond aux besoins du présent sans compromettre la capacité de répondre aux besoins des générations futures ». Dans cette optique de révision de la gestion de nos déchets notamment organiques, le compostage répond parfaitement à ces nouvelles obligations législatives. Il permet de remettre en circulation la matière organique bloquée, à un moment donné dans la matière vivante, dans le cycle de la matière. La mise en oeuvre de ce processus permet d'éviter le blocage de la matière organique dans une décharge. Le compostage à ce niveau est une écotecnologie puisqu'il permet le retour de la matière organique dans le sol et donc sa réinsertion dans les grands cycles écologiques vitaux de notre planète. Il limite ainsi la fuite de matières premières, par les décharges, et répond pleinement au principe du développement durable sans limiter le potentiel des générations futures.

Les graisses représentent à l'heure actuelle une source de déchets importante pour le secteur agro-alimentaire et les installations de retraitement des eaux. Il est donc important de trouver des voies de valorisation économiquement et techniquement applicables pour un développement durable. La loi sur les déchets du 01/07/1975 qui a été révisée au 01/07/2002 ne permet plus l'élimination de ces sous-produits des industries agro-alimentaires par enfouissement. En effet, depuis la mise en application de cette loi, les graisses d'origine alimentaire ne sont plus considérées comme des déchets mais des produits valorisables, les industriels sont contraints de trouver des solutions à leur retraitement.

Outre la problématique environnementale que représentent les graisses, le budget alloué à leur élimination préoccupe beaucoup les entreprises agro-alimentaires. Les solutions actuelles sont orientées vers l'incinération des graisses avec ou sans récupération de l'énergie produite dans le cas des industries du secteur agro-alimentaire. Cependant l'incinération souffre d'une mauvaise perception dans l'opinion publique, ce qui à terme pourrait limiter son

champ d'efficacité. Les graisses issues d'installation traitant des effluents domestiques sont actuellement gérées par un traitement biologique aérobie. Cette solution satisfait ce secteur d'activité au vue des volumes produits soit 23 % du gisement graisseux en France (Maillet, 1997, Cemagref, 2000).

Les sciures de bois représentent un fort volume pour l'industrie du bois. Ce sous-produit ne possède, actuellement, aucune voie de valorisation économiquement intéressante pour leurs producteurs. Cependant, d'autres secteurs d'activité trouvent un intérêt dans ce produit connexe en lui apportant une valeur ajoutée plus ou moins importante ; on le retrouve dans les secteurs du panneau de particules ou encore comme adjuvant de filtration. On peut estimer que les produits connexes du bois représentent à peu près 50% du volume traité par les industries de première et de deuxième transformation. La valorisation de ces co-produits est une nécessité économique et environnementale indispensable au maintien de ces entreprises et à la mise en valeur du massif forestier. Les dosses et délignures sont déjà largement valorisées dans les filières énergétiques et matériaux après un broyage/compactage mais il reste encore une grande part de déchets, la plupart du temps sous forme d'écorces et de sciures qui, par leur variabilité de forme et de composition chimique, sont encore peu valorisées (journée d'échanges « Ecorces et sciures : de nouvelles techniques de valorisation », 2003).

L'objectif de ce travail est de remplacer les adjuvants de filtration actuels onéreux et peu efficaces avec des effluents graisseux, par des sciures, permettant ainsi la mise sur le marché d'un adjuvant de filtration naturel facilitant la valorisation agronomique. Enfin l'intérêt est de produire un compost présentant des caractéristiques agronomiques particulières et intéressantes tout en restant conforme aux normes sur le compost telles la NF U 44-051 ou l'Ecolabel européen. L'utilisation d'un adjuvant de filtration de nature organique est indispensable dans cette démarche, l'utilisation d'autres adjuvants contenant souvent des composés polluants (métaux) serait un frein à l'application du compost en agriculture.

Le problème des graisses vient de leur aspect lorsqu'elles sont en émulsion, en effet, les effluents chargés en graisses sont difficilement maniables. L'étape de conditionnement de ces déchets graisseux est donc essentielle aux vues d'une application de valorisation. L'idée de la mise en place d'un système par filtration permet de conditionner ces graisses sous forme solide et ainsi faciliter leur manipulation. La question est de trouver un conditionnement pour

ces effluents gras afin de rendre possible leur déshydratation. Afin d'obtenir un produit solide, il est important de trouver un produit structurant pour le gâteau de filtration, mais ce produit doit aussi avoir une certaine inertie vis-à-vis de l'environnement au vue d'une application agronomique. L'ajout de sciures ou autres adjuvants aux effluents gras permet de donner une structure aux gâteaux de filtration. De plus, la concentration de ces graisses par pression devrait permettre de réduire de façon considérable les volumes produits par les industries agro-alimentaires.

L'utilisation de la poudre de bois doit permettre d'améliorer la drainabilité de la filtration en incorporant des particules structurantes suffisamment grosses pour être retenues par le tissu filtrant, mais aussi suffisamment fines pour arrêter les produits indésirables en suspension. Ainsi, par rapport aux adjuvants traditionnels (diatomées, perlites, charbons actifs...), la poudre de bois doit améliorer le rendement et la qualité de la filtration, protéger et retarder l'encrassement des toiles. Le procédé doit également permettre une réduction du volume des résidus de filtration et de la consommation d'adjuvants (polymère...).

Un comparatif du coût du retraitement des déchets gras en France, montre le réel atout du développement du compostage pour ce type de déchets. A l'heure actuelle, les solutions comme l'enfouissement en CET ou l'incinération, semblent compromises par leurs coûts élevés et la limitation des pouvoirs publics vers ces solutions surtout pour l'enfouissement. Au cours de la dernière décennie le contexte du recyclage par compostage a fortement évolué sous l'effet de trois changements majeurs : l'accroissement d'exigence des utilisateurs du compost sur la qualité du produit, le développement de méthodes et techniques de compostage plus précises et performantes, la mise en place de circuits de collecte des matières premières séparés (collectes sélectives, déchetteries). L'encadrement réglementaire et normatif de ces produits se met progressivement en place depuis 4 ans.

Ainsi, les gâteaux de filtration produits seront ensuite additionnés à des déchets verts puis seront compostés. Le mélange sera facilité grâce aux gâteaux formés ce qui évitera le phénomène de percolation à travers l'andain ainsi que la perte de graisse dans les lixiviats. Le compost obtenu sera analysé afin d'apprécier ses qualités en vue d'une commercialisation.

Les travaux menés au cours de cette thèse sont regroupés dans ce mémoire qui se divise en trois parties.

La première partie est consacrée à une étude bibliographique sur les lipides, les adjuvants lignocellulosiques et le compostage. Les lipides sont abordés de façon généraliste avant de présenter les données de la littérature sur leurs présences dans les eaux usées, leur comportement et nuisance, puis le gisement qu'ils représentent est identifié ainsi que les différentes solutions de valorisation actuellement retenues. L'étude bibliographique de la filtration fait état des techniques de déshydratation mécaniques couramment utilisées puis aborde les outils mathématiques liés à la filtration sous pression. Les caractéristiques physiques et chimiques du bois sont abordées, puis le gisement français et l'utilisation actuelle de la sciure dans la filtration sont identifiés. Enfin, une bibliographie du compostage est réalisée abordant les généralités sur le compost et la notion de maturité, l'évolution des caractéristiques physico-chimiques des composts avant de se consacrer au compostage des boues d'épuration et des lipides.

La deuxième partie regroupe l'étude expérimentale de la filtration. Les matériels et méthodes utilisés pour l'étude de la filtration des boues grasses conditionnées par poudre de bois sont présentés. La méthode par plans d'expériences est utilisée afin de permettre une pré-étude avant de finaliser et d'optimiser le procédé. Les résultats de l'optimisation des principaux paramètres tels que ceux relatifs au conditionnement de l'effluent et à la mise en œuvre de la filtration sont présentés. L'influence de ces conditionnements sur la qualité de la filtration est observée à l'aide d'un modèle simple de filtration sur média.

La valorisation des gâteaux de filtration par co-compostage avec des déchets verts fait l'objet d'une troisième partie. L'étude est menée dans un premier temps en laboratoire avant de valider le procédé à taille industrielle. Le compost de laboratoire est analysé par des mesures physico-chimiques classiques, un suivi de la dégradation des lipides et une méthode novatrice du suivi de la décomposition des matières organiques à partir d'une évaluation du comportement des groupements atomiques fictifs qui la compose. Des essais industriels permettront de valider la technique de compostage.

Partie 1 : Revue bibliographique

1. Les lipides

Les lipides, largement répandus dans l'environnement, sont des produits complexes dont les différents constituants jouent de façon directe ou indirecte, immédiate ou retardée, un rôle énergétique, structural et fonctionnel. Ce chapitre présente les diversité et caractéristiques des lipides rencontrés à l'état naturel et appartenant au monde végétal comme animal. Cette étude bibliographique des lipides a pour but d'appréhender les difficultés liées à la valorisation des graisses mais également l'importance d'identifier une valorisation fiable et écologique.

1.1. Définition

Dans le monde du vivant, la plupart des familles de molécules sont définies par leur structure, à l'inverse, les lipides (du grec lipos, graisse) sont caractérisées par une propriété chimique : la solubilité. Ces composés ont une solubilité nulle ou faible dans l'eau mais élevée dans les solvants organiques de type apolaire (chloroforme, cyclohexane, éther éthylique,...) (Ratledge & Wilkinson, 1988). Les termes d'huiles, beurre, graisses, cires ne désignent que leur état physique liquide ou solide à température ambiante. Par définition, un lipide est une molécule soit complètement apolaire (lipide neutre) soit bipolaire ou molécule amphiphile avec une tête polaire liée à une chaîne fortement apolaire.

Les graisses alimentaires sont d'origine végétale et animale. Parmi les graisses d'origine végétale on distingue les huiles « fluides », liquides à température de 15° C (arachide, olive, tournesol, colza, soja, maïs, pépins de raisin,...) et les huiles « concrètes », solides à la température de 15° C (palme, coprah). Les graisses animales sont soit d'origine laitière (lait, crème, beurre, fromage), soit apportées (viandes et poissons consommés) ou extraites des animaux terrestres (saindoux de porc, suif de boeuf, suif de mouton, graisse d'oie et de canard) ou marins (huile de hareng, sardine, saumon...).

Les lipides se répartissent en différentes catégories dont la plus courante est appelée « lipides vrais ». Les lipides vrais comprenant les acides gras à plus ou moins longue chaîne ou résultant de la condensation de ces acides gras avec des alcools liés par une liaison ester ou amide (Louisot, 1983). Parmi ceux-ci, on retrouve les lipides simples qui sont neutres comprenant les glycérolipides (l'alcool est le glycérol), les cérides (les alcools sont à longue

chaîne) et les stérides (l'alcool est un stérol dit polycyclique). Ils regroupent également les lipides complexes, di- ou triesters auxquels s'ajoutent divers groupements phosphorés, azotés, soufrés ou des oses.

1.2. Les lipides vrais

1.2.1. Les acides gras

Tous les acides gras sont constitués d'une chaîne hydrocarbonée comprenant un groupement méthyle (CH₃-) à l'une de ses extrémités et un groupement carboxyle (-COOH) à l'autre extrémité (Entressangles & Zwobada, 1987). Ils se caractérisent par une structure spécifique sous forme de monoacides carboxyliques possédant un nombre pair d'atome de carbone (de 10 à 40 atomes), une chaîne non ramifiée et non substituée et sont saturés ou non. On parlera d'acides gras saturés lorsqu'il y a absence de double liaison dans la chaîne hydrocarbonée et sa formule est de type (C_nH_{2n}O₂) ; les acides gras sont dit insaturés lorsqu'il y a présence d'une double liaison (mono-insaturés) ou de plusieurs (poly-insaturés).

La nomenclature retenue pour ces acides est la suivante : C_x : y n-m, avec x représentant le nombre d'atomes de carbone dans la molécule et y est le nombre d'insaturation soit le nombre de doubles liaisons. La lettre m correspond à la position de la double liaison à partir du groupement terminal. Les critères de classification portent sur la longueur de la chaîne, le nombre de doubles liaisons et la configuration spatiale de leur chaîne.

Le degré d'insaturation est suivi de la notation ω_x où x est la position de la double liaison par rapport au carbone aliphatique terminal. Les préfixes «a» et «i» indiquent que le substituant méthyle est en position antéiso (troisième carbone impair à partir du carbone aliphatique terminal) ou iso (deuxième carbone pair à partir du carbone aliphatique terminal) (Dignac, 1998).

La distribution des acides gras permet de relier ces composés à leur origine, même si souvent un acide gras donné peut avoir plusieurs origines. Par exemple, les distributions des acides gras des végétaux supérieurs ou des animaux sont dominées par ceux à nombre de carbone pair compris entre 12 et 24 atomes de carbone, avec une prédominance des chaînes C₁₆ et C₁₈ (Rao et al., 1990). Les acides gras constituants les bactéries sont essentiellement

saturés ou mono-insaturés présentant un nombre de carbone impair (Tunlid & White, 1990). Les substitutions en position iso- ou antéiso- sont surtout présentes dans les distributions des acides gras d'origine bactérienne et notamment les bactéries Gram positives (Boon et al., 1977; Eganhouse, 1982; Gillan & Hogg, 1984). Les résidus de cuisine riches en graisses animales et huiles végétales sont caractérisés par des distributions dominées par la présence de C_{16:0}, C_{18:1ω9} et C_{18:0} (Farrington & Quinn, 1973). Les fèces humaines sont quant à elles dominées par la présence de C_{16:0} et C_{18:1ω9}. Tous ces acides gras sont susceptibles de se retrouver dans les boues d'épuration en raison de la nature variée des effluents traités.

1.2.2. Les acides gras saturés

Ce groupe de lipides est constitué d'acides gras possédant un nombre pair d'atome de carbone (4 à plus de 30), on les retrouve chez les animaux, végétaux et microbes. Pour les plantes supérieures et les animaux, les acides gras les plus communs ont 14 à 20 carbones, avec une majorité de ceux à 16 ou 18 carbones. Les acides dont le nombre est inférieur à 12 sont retrouvés dans le lait des mammifères et le beurre. Les acides gras dont le nombre de carbones est supérieur à 24 sont essentiellement des composants des cires protectrices fabriqués par les plantes, les bactéries et insectes. Quelques exemples des principaux acides gras saturés sont repris dans le Tableau 1.

Tableau 1. Principaux acides gras saturés

Longueur relative	nC	Nom courant de l'acide	Origine
Chaîne courte	4	Butyrique	Beurre
	6	Caproïque	Lait de chèvre
	8	Caprylique	...
	10	Caprique	...
Chaîne moyenne	12	Laurique	Huile, graisses animales et végétales
	14	Myristique	
	16	Palmitique	
	18	Stéarique	
Chaîne longue	20	Arachidique	Graines
	22	Béhénique	
	24	Liglocérique	
	26	Cérotique	Cires des plantes bactéries insectes
	28	Montanique	
	30	Mélistique	
	32	Lacérique	

1.2.3. Les acides gras insaturés

Ils représentent plus de la moitié des acides gras des plantes et des animaux, possédant une ou plusieurs doubles liaisons. La plupart des acides gras insaturés ont des longueurs de chaînes de 16 à 20 carbones et souvent, la première double liaison est établie entre les C9 et C10, les doubles liaisons multiples ne sont pas conjuguées mais séparées par un groupe méthylène et les doubles liaisons sont de configuration cis.

Les acides gras mono-insaturés sont relativement rares, les chaînes comportant moins de 16 carbones se retrouvent dans le lait et les graisses de poissons alors que les chaînes à plus de 18 carbones sont présentes chez les animaux marins. Les acides gras poly-insaturés sont beaucoup plus répandus, ils comportent au moins 18 carbones.

Tableau 2. Principaux acides gras insaturés

nC	Nom courant	symbole	Origine
16	Palmitoléique	C16 : 1(9)	Très répandu
18	Oléique Vaccénique Linoléique Linoléinique	C18 : 1(9) C18 : 1(11) C18 : 2(9, 12) C18 : 3(9, 12, 15)	Très répandu Bactéries Graines Graines
20	Arachidonique Acide Eicosapentanénoïque	C20 : 4(5, 8, 11, 14) C20 : 5(5, 8, 11, 14, 17)	Animaux Huiles de poissons
24	Nervonique	C24 : 1(15)	Cerveau

1.2.4. Caractérisation des acides gras

Les acides gras sont caractérisés par leur longueur de chaîne qui est définie par le nombre d'atomes de carbone. Ce nombre varie généralement entre 4 et 24. Dans la nature, il est quasiment toujours pair. Les acides gras à courte ou moyenne chaîne appelés acides butyreux comptent 6 à 10 atomes de carbone ; de 12 à 22 atomes de carbone, on parle d'acides gras à chaîne longue qui constituent les acides gras proprement dits. Les acides gras à très longue chaîne appelés acides cireux contiennent plus de 22 atomes de carbone.

Leur degré d'insaturation est défini par le nombre de doubles liaisons situées sur la chaîne carbonée. La présence de doubles liaisons sur la chaîne carbonée rend l'AG sensible aux phénomènes de peroxydation particulièrement sous l'effet de l'oxygène de l'air et des UV. Il est nécessaire de les conserver à l'abri de la lumière. Tout AG soumis à une cuisson à température très élevée peut se cycliser et/ou se polymériser mais les AG polyinsaturés sont

particulièrement sensibles à ce phénomène. Les graisses très riches en AG polyinsaturés ne sont pas des graisses de friture surtout lorsque celle-ci se déroule en bac et de façon répétée. Toutefois, les huiles riches en acide linoléique peuvent être utilisées pour les fritures « à plat » (poêle) car la température ne dépasse pas 250° C et à la condition de ne pas utiliser la même huile pour des fritures répétées.

La place de la première double liaison par rapport à l'extrémité méthyle de la chaîne carbonée définit la famille à laquelle appartient un AG qu'il soit mono ou polyinsaturé. S'il est polyinsaturé, il pourra également présenter d'autres doubles liaisons mais toujours entre des carbones de rang supérieur et jamais de rang inférieur. Si, sous l'action d'une élongase, la chaîne carbonée s'allonge de 2 atomes de carbone, l'AG résultant appartiendra à la même famille car l'allongement de la chaîne se produit toujours à partir de l'extrémité carboxylique. La désaturation d'un AG résulte de l'action d'une désaturase. Les désaturases sont des enzymes du réticulum endoplasmique retrouvées pratiquement dans tous les types cellulaires. Elles ont une grande spécificité de site (par exemple la D9-désaturase ne peut introduire une double liaison qu'entre les carbones 9 et 10 d'un AG) mais une faible spécificité de substrat ce qui implique une certaine compétition de substrat. Certaines désaturases sont communes aux animaux et aux végétaux (D9, D6, D5, D4-désaturase). D'autres sont spécifiques au monde végétal (D12 et D15 désaturases). Ces 2 désaturases sont à l'origine de 2 familles d'acides gras dont les précurseurs ne peuvent être synthétisés par l'homme. Ils sont dits essentiels. Il s'agit de l'acide linoléique, dont sont issus tous les AG de la famille n-6 et de l'acide α -linoléique précurseur de la famille n-3. 50 à 70 % des AG présents dans les huiles de soja, maïs, noix, tournesol et pépins de raisin sont de l'acide linoléique. Cette proportion est de 30 % dans l'huile d'arachide 20 % dans l'huile de colza et 10 % dans l'huile d'olive. Les huiles de soja, colza et noix contiennent également 10 à 15 % d'acide α -linoléique.

L'isomérisation ne concerne que les AG comportant au moins une double liaison. Il existe plusieurs types d'isomérisation. L'isomérisation géométrique est définie par la position des chaînes carbonées par rapport aux doubles liaisons. L'isomère est CIS lorsque les 2 parties de la chaîne carbonée placées de part et d'autre de la double liaison sont, dans l'espace, situées du même côté d'un plan passant par la double liaison. Lorsque ces 2 parties sont placées de part et d'autre de ce plan, l'isomère est TRANS. A l'état naturel, les AG d'origine végétale sont tous CIS. La présence d'isomères TRANS dans les graisses alimentaires d'origine végétale résulte du processus d'hydrogénation catalytique mis en

œuvre dans la fabrication de margarines ou de pâtes à tartiner à partir d'huiles végétales liquides et riches en AG polyinsaturés. Ce type d'hydrogénation fait apparaître 10 à 30 % d'isomères TRANS. A l'inverse, les graisses présentes dans les produits laitiers et, d'une manière générale, les graisses des ruminants, contiennent naturellement 2 à 5 % de forme TRANS d'acides gras. Ces formes TRANS résultent de la biohydrogénation des AG insaturés dans la panse des ruminants. Ces isomères TRANS sont absorbés, transportés, oxydés, stockés dans les lipides de réserve, incorporés dans les membranes cellulaires et exportés dans le lait. Le second type d'isomérisation est une isomérisation positionnelle. Dans ce cas, c'est la position de la double liaison qui change sur la chaîne carbonée.

1.2.5. Les triglycérides

Les triglycérides (TG) représentent 95 à 98 % des graisses alimentaires et sont composés d'une molécule de glycérol dont les 3 fonctions alcool sont estérifiées par 3 acides gras semblables ou différents (Figure 1). Entressangles & Zwobada (1987) à déterminé qu'à l'entrée des stations d'épuration, les lipides sont essentiellement d'origine animale ou végétale et sont principalement composés de triglycérides (98% de la masse). Par simplification, la formule chimique d'un triglycéride peut s'écrire comme présenté en Figure 1 :

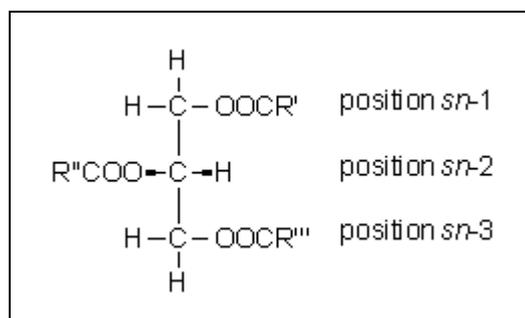


Figure 1 Formule semi-développée des triglycérides

Les graisses couramment rencontrées sont essentiellement représentées par des acides gras saturés et insaturés comportant de 14 à 18 carbones. Plusieurs exemples sont présentés dans le Tableau 3.

Tableau 3. Distribution (mole %) des acides gras présents, sur chaque position dans les triglycérides de différentes graisses végétales et animales (Schmitz & Bresson, 1994).

Sources	Positions	Valeurs en moles pour cent moles													
		8:0	10:0	12:0	14:0	16:0	16:1	18:0	18:1	18:2	18:3	20:0	20:1	20:5	22:1
Palme	1+3				<1	66		5	26	5					
	2				<1	18		1	59	19					
Arachide	1					14		5	59						
	2					1		<1	58						
	3					11		5	57						
Olive	1					13		3	72	10	<1				
	2					1			83	14	1				
	3					17		4	74	5	1				
Soja	1					14		6	27	50	1				
	2					1		<1	26	70	<1				
	3					13		3	31	51	1				
Colza	1+3					5		1	55	26	10				
	2					<1			47	37	15				
Porc (saindoux)	1				1	14	2	23	40	12	<1				
	2				4	58	6	3	18	8	<1				
	3				1	1	2	11	61	23	<1				
Bœuf (suif)	1				4	41	6	17	20	4	<1				
	2				9	17	6	9	41	5	<1				
	3				1	22	6	24	37	5	<1				
Poulet	1				2	25	12	6	33	14	2				
	2				1	15	7	4	43	23	3				
	3				1	24	12	6	35	14	3				
Canard	1				1	26	7	8	43	14	2				
	2				1	11	4	4	59	20	2				
	3				1	27	7	6	45	15	1				
Truite	1				2	13	8	7	24	6			11	4	9
	2				3	6	14	1	35	11			7	4	2
	3				4	13	8	8	25	5			12	6	9
Lait de vache	1	1	2	3	10	36	3	15	21	1					
	2	2	6	6	20	33	2	6	14	2					
	3	2	4	3	7	10	1	4	15	<1					

1.2.5.1. Propriétés physiques

La longueur de leur chaîne carbonée, le degré de saturation de cette chaîne et l'isomérisation vont avoir une influence importante sur les propriétés des acides gras, et par conséquent des lipides. En effet, l'insolubilité dans l'eau des acides gras saturés augmente avec le nombre d'atomes de carbone constituant la molécule et le caractère apolaire n'apparaît qu'à partir de six à huit atomes de carbone (Beture, 1996). La tête des acides gras qui porte la fonction carboxylique est polaire dans l'eau à un pH supérieur à 5,5, par contre la chaîne carbonée est apolaire ainsi la solubilité dans l'eau des acides gras diminuera lors de l'augmentation du nombre de carbones. En dessous de C4 et C5, les acides gras sont insolubles et s'organisent soit en film moléculaire (mono ou bicouche, ou multicouche) à l'interface eau-air soit en micelle (émulsion). Les anions de type $R-COO^-$ abaissent la tension superficielle aux interfaces : ils sont tensioactifs. Toutes ces caractéristiques confèrent aux acides gras des propriétés mouillantes, moussantes et émulsionnantes.

Les lipides en mélange avec une phase aqueuse sont généralement présents sous une forme dispersée. Les gouttelettes d'huile sont entourées de matières facilitant l'émulsion : protéines, phospholipides, détergents, amidon et ses dérivés. La matière grasse émulsionnée présente une surface de contact avec l'eau plus élevée que la matière grasse non émulsionnée. Le substrat est donc plus accessible aux micro-organismes. Cette émulsion facilite le transport de la matière grasse car elle évite les dépôts, mais elle diminue l'efficacité des séparateurs (Thonart et al., 1997).

Le point de fusion augmente avec la longueur de la chaîne carbonée (Figure 2) alors que l'insaturation de la chaîne carbonée le diminue. La température du point de fusion est également dépendante de l'isomérisation. A titre d'exemple, dans la série des C18, la différence de température du point de fusion entre un acide gras saturé et un acide gras insaturé avec une seule double liaison en configuration cis est de 50 °C. Les températures de solidification des corps gras alimentaires varient en fonction de leur composition en acides gras (Entressangles, 1987). Les acides gras saturés sont le plus souvent solides à la température ordinaire. En revanche, les acides gras insaturés sont liquides à ces mêmes températures, c'est le cas des huiles.

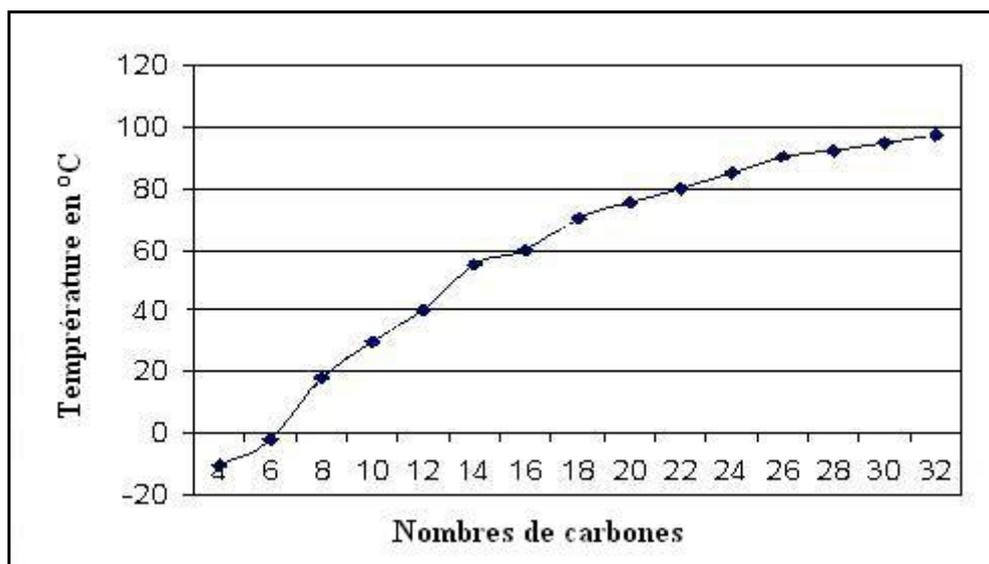


Figure 2 Température de fusion des acides gras saturés (Bellon, 2004)

Enfin, la densité des lipides est inférieure à celle de l'eau. À titre indicatif les masses volumiques sont de 910 kg/m³ pour le beurre, 917 kg/m³ pour l'huile d'olive, 922 kg/m³ pour l'huile de tournesol.

1.2.5.2. Propriétés chimiques

La biodégradabilité des corps gras est facilitée lorsqu'ils comportent des acides gras insaturés (Beture, 1996). À l'opposé, les acides gras saturés présentent une plus grande stabilité et leur assimilation est plus difficile. La présence du groupement carboxyle des lipides est rarement libre, son pKa est d'environ 4,7 à 25 °C. Cette acidité libre des lipides est donc dosable notamment pour un suivi de la dégradation des corps gras. Les acides gras peuvent par un traitement alcalin former des sels de sodium ou de potassium (saponification).

Les acides gras saturés peuvent également subir une halogénéation. Ce procédé permet de déterminer l'insaturation par addition d'iode dans des conditions particulières qui évitent les substitutions (catalyseur, obscurité). Les acides gras saturés peuvent être l'objet d'une action d'hydrogénation. Ce procédé est utilisé pour transformer des huiles comestibles d'acides gras insaturés en margarine. Cette composition en acides gras saturés est solide à température ambiante et empêche leur oxydation.

1.3. Les constituants mineurs

1.3.1. Les phospholipides.

Les phospholipides sont des esters du glycérol dont les positions sn-1 et sn-2 sont estérifiées par des AG et la fonction alcool en sn-3 est naturellement estérifiée par un acide phosphorique lui même associé à un sucre (inositol) ou une amine (choline, éthanolamine, sérine).

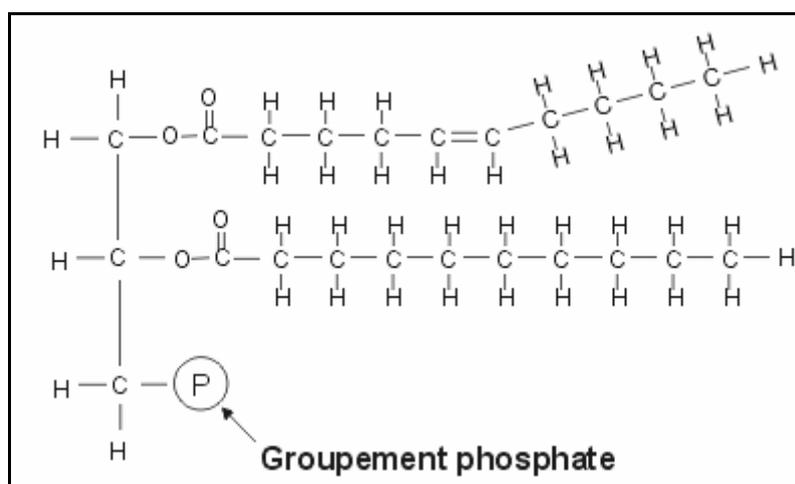


Figure 3 Formule développée d'un phospholipide

En raison de leur polarité (hydrophilie liée à la fonction aminée et hydrophobie liée aux AG), les phospholipides jouent un rôle majeur de constituant des interfaces membranaires, de transporteur d'AG et d'émulsifiant. Ces propriétés émulsifiantes sont largement utilisées en technologie alimentaire.

1.3.2. Les stérols.

Les stérols sont des molécules complexes comportant une fonction alcool, trouvées à l'état libre ou estérifiées. Ces alcools dérivent du noyau stéroïde, produit de la condensation de 4 cycles dont l'hydroxyle est une fonction alcool secondaire toujours à la même position. ce sont des constituants des lipides qui se trouvent dans la partie appelée insaponifiable représentant la fraction insoluble dans l'eau mais soluble dans les solvants organiques après saponification. La teneur en insaponifiable des matières grasses est de l'ordre de 0,5 à 1,5 %. Il s'agit d'un mélange complexe contenant des stérols, des hydrocarbures (squalène...), des alcools gras (cires), des pigments liposolubles (carotène...), des vitamines...

Les stérols d'origine animale sont appelés zoo-stérols. Parmi eux, le cholestérol est le principal stérol des vertébrés apporté par une alimentation carnée comme la viande, les produits laitiers, les œufs. Le cholestérol est également synthétisé de façon endogène. L'ergostérol est un précurseur naturel de la vitamine.

C'est aussi un constituant indispensable des membranes cellulaires. Les graisses d'origine végétale contiennent des phytostérols tels que le β -sitostérol présent dans toutes les huiles, le D7-stigmastérol trouvé en quantité significative dans l'huile de tournesol, le brassicastérol des huiles de crucifères (colza, moutarde), (Weil, 1994).

1.3.3. Les tocophérols.

Il existe quatre type de tocophérols : a, b, g et d-tocophérols. Ils jouent le rôle d'antioxydants naturels. Les huiles végétales en contiennent de 30 à 100 mg pour 100 g, ce qui explique la bonne résistance au rancissement des huiles végétales. Parmi les tocophérols, l'a-tocophérol ou vitamine E est dotée de l'effet antioxydant le plus puissant. Seules les huiles de coprah et de palmiste sont pauvres en tocophérols.

1.4. Dégradation des lipides

Les lipides, essentiellement composés de triglycérides, peuvent subir plusieurs voies de dégradations résumées dans la Figure 4 :

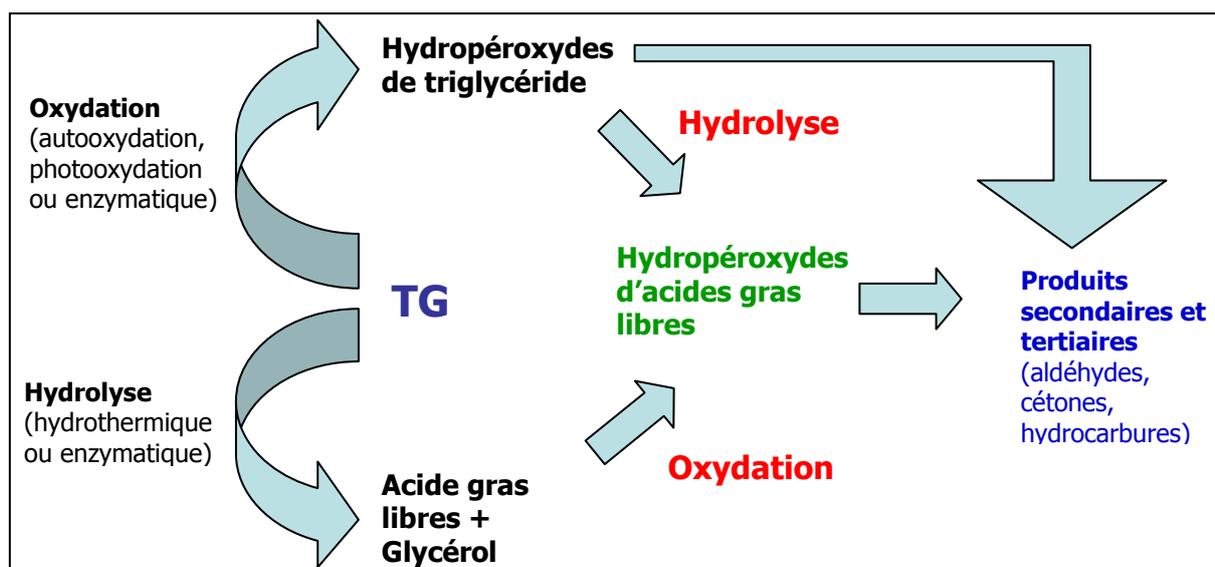


Figure 4 Schéma des différentes voies de dégradation des lipides

L'hydrolyse entraîne la libération d'acides gras soit par voie chimique sous l'effet de la température soit par voie enzymatique sous l'action des lipases apportées par des bactéries, des levures, des moisissures, l'activité lipolytique se réalise à l'interface eau/lipide avec destruction par le blanchiment pour les produits végétaux ou par oxydation, isomérisation, polymérisation.

Les acides gras sont sensibles aux oxydations chimiques ou biologiques, processus de fragmentations oxydatives des chaînes d'acide gras principalement insaturés avec formation de petites molécules (aldéhydes, acide carboxyliques, cétones...) et d'odeurs déplaisantes. L'oxydation chimique se fait à l'aide d'oxydants puissants (ozone, ion permanganate en milieu alcalin) qui provoquent la scission de la molécule d'un acide gras insaturé en mono et diacides. L'oxydation biologique permet la dégradation des acides gras pour libérer de l'énergie sous l'action de certaines enzymes entrant dans le cycle de la β -oxydation. Le déroulement du cycle est présenté en Figure 5.

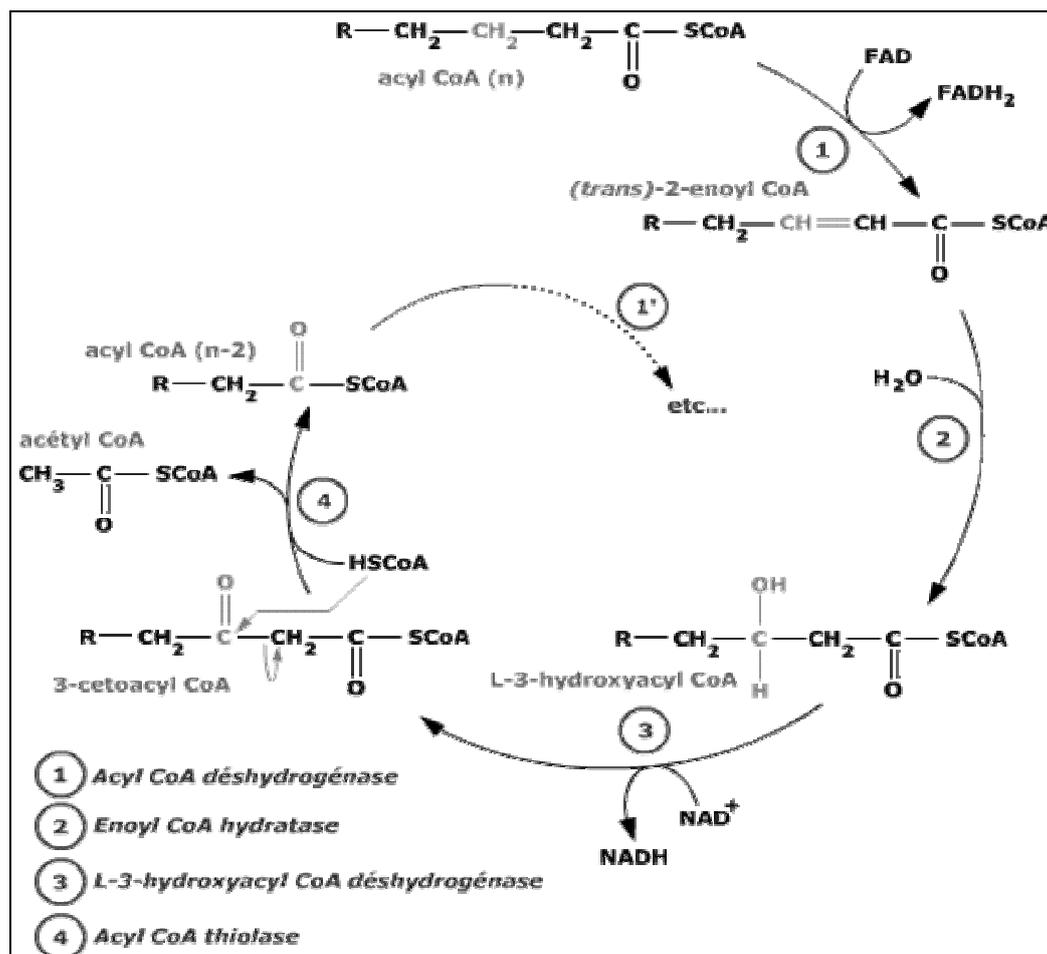


Figure 5 Cycle de la β -oxydation des acides gras (Overath et al., 1969).

A l'air libre, les huiles et les graisses subissent une auto-oxydation avec production de peroxydes qui provoquent le rancissement. La rupture de la chaîne produit alors des acides toxiques et des aldéhydes responsables de l'odeur. L'auto-oxydation provoque également la siccativité des huiles polyinsaturées comme l'huile de lin qui se polymérise en vernis et autres solides imperméables à l'eau par fixation du dioxygène. Ce processus est contrôlé par différents facteurs comme la lumière, certains catalyseurs (métaux lourds, pigments naturels...), l'activité de l'eau, la température de l'eau, le degré d'insaturation des acides gras, la présence ou l'absence d'oxygène ou d'antioxydant (substance d'origine naturelle ou artificielle).

1.5. Gisement graisseux en France et ses nuisances

1.5.1. Définition du gisement graisseux

On désigne par « déchets graisseux » les résidus issus principalement de :

- l'étape de dégraissage-deshuilage des stations d'épuration,
- de la collecte des bacs à graisses de restaurants,
- des différentes étapes de prétraitements ou de traitements par les industries agro-alimentaires
- des vidanges des chapeaux graisseux provenant de l'assainissement autonome (Maillet, 1997)

Ces déchets graisseux sont très hétérogènes et constitués d'eau, de matières organiques biodégradables (principalement des corps gras), de matières non biodégradables (débris divers), de matières dissoutes et d'autres polluants (hydrocarbures, métaux lourds...), généralement en faible quantité (Maillet, 1997). Les graisses récupérées au niveau des dégraisseurs situés en tête des stations d'épuration proviennent des eaux résiduaires et des matières de vidange réceptionnées (industries, restaurants, habitations disposant d'assainissement individuel).

1.5.2. Evaluation des quantités.

On estime entre 300 000 et 450 000 m³ le volume de déchets graisseux collectés chaque année en France. Ce gisement est en augmentation, ce qui s'explique en partie par les

progrès de l'assainissement : taux de raccordement, efficacité des ouvrages, meilleure gestion des ouvrages (collectifs et individuels), meilleur entretien des réseaux (ANRED, 1989). D'après une étude de l'agence de l'Eau Loire Bretagne (Beture, 1996), le gisement des graisses industrielles serait supérieur à 60 000 tonnes/ an. Il faut noter qu'une partie de ces graisses est récupérée au niveau des prétraitements des industries avant rejet au réseau communal. Pour ce qui est des graisses en provenance de la restauration (bacs à graisses), on évalue le gisement à environ 230 000 tonnes/an, avec une incertitude importante de l'ordre de 90 000 tonnes/an étant donné le manque de données et les difficultés de prélèvement et d'analyse. Ces déchets devraient tous être collectés mais certains restaurateurs les rejettent directement dans le réseau (avec ou sans ajout de bio-additifs), et les bacs à graisses collectés le sont souvent quand leur capacité de rétention est largement dépassée (l'excédent ayant déjà été déversé dans le réseau). Le ratio moyen de graisses « domestiques » rejetées par habitant et par jour est estimé entre 16 et 18 g de MEH, soit 7,3 kg de lipides par an et par équivalent-habitant (Bridoux, 1992).

1.5.3. Nuisances engendrées par les graisses.

Les graisses présentes dans les eaux usées posent de nombreux problèmes dans le domaine de l'épuration.

- La solidification de certaines graisses à température ambiante associée à leur caractère insoluble dans l'eau peut entraîner le colmatage, d'une part des canalisations du réseau d'assainissement ou de la station d'épuration, d'autre part des supports de culture dans les stations d'épuration à cultures fixées. Leur présence augmente souvent les contraintes d'exploitation en raison de l'encrassement fréquent des poires de niveau provoquant des dysfonctionnements avec la formation de chapeaux graisseux dans les différents postes de relèvement.
- Elles sont responsables de nuisances olfactives dans les réseaux et sur les stations d'épuration en raison de leur caractère fermentescible important.
- Les graisses constituent un substrat privilégié pour la croissance de certains organismes filamenteux hydrophobes (GIS Mousses, 1993) comme *Microthrix Parvicella* qui affecte la décantabilité de la boue et *Nocardia amarae* qui est à l'origine de la formation de

mousses brunes, visqueuses et stables, susceptibles de créer des problèmes d'exploitation et des rejets non conformes.

- Dans les bassins d'aération, elles réduisent le transfert d'oxygène au niveau du floc, par adsorption sur celui-ci (création d'un film lipidique qui réduit le transfert d'oxygène dissous entre l'eau et le floc) et au niveau de la surface du bassin par la constitution d'une pellicule entre l'air et l'eau. Des mesures ont montré que les huiles réduisaient le coefficient de transfert de l'aération. Un ajout de 10 mg/l de lipides dans un bassin d'aération en présence de boues abaisse la dissolution de l'oxygène de l'ordre de 10 %. Des travaux ont montré que cette diminution du coefficient de transfert intervient aussi bien sur les eaux claires que sur les boues. De plus, la diminution du transfert est fonction de la concentration en lipides dans le milieu. Cette relation n'a pas été observée en eau claire.
- Lorsque les graisses sont présentes en trop fortes concentrations dans les boues, elles affectent les performances de la déshydratation. Elles pénalisent également la phase d'épaississement par leur évolution rapide en milieu anaérobie (fermentation induisant des remontées de boues).
- Le déchet graisseux représente une grande partie de la pollution organique des eaux brutes à l'entrée de la station d'épuration, estimée à environ 35 % de la DCO totale à traiter.
- Enfin, la réaction stoechiométrique théorique des besoins en oxygène (DCO) pour oxyder un composé graisseux (C_{18}) peut être calculée. À titre d'exemple, l'oxydation d'un gramme d'acide oléique ($C_{18}H_{34}O_2$) d'un poids moléculaire de 282 grammes nécessite la présence de 2,89 grammes d'oxygène ($816g/282g$) pour être totalement oxydé, ce qui correspond à une DCO de 2,89 grammes.

Une valeur expérimentale a été obtenue sur la matière grasse extraite au chloroforme et au tétrachlorure de carbone à partir d'une centaine d'échantillons d'effluents domestiques et agro-alimentaires. La valeur moyenne pour oxyder 1 mg de lipides est équivalente à 2,3 mg d'oxygène (Cemagref).

1.5.4. Recensement des principales techniques de traitement des graisses

Les déchets graisseux sont des produits très fermentescibles pouvant générer une pollution importante du milieu naturel et des nuisances olfactives. Les installations de

traitement de tels déchets sont des installations classées, selon le décret du 21 septembre 1997 de la réglementation destinée à la protection de l'environnement. Différentes solutions existent pour traiter ou éliminer les déchets graisseux collectés.

1.5.4.1. Stockage

La mise en décharge « contrôlée » de classe II pour les déchets assimilés à des ordures ménagères n'est plus une solution. En effet, la loi du 13/07/1992 (arrêté d'application du 1/03/1993) définit la notion de déchets ultimes (comme résidus non recyclables, non valorisables ou non transformables par un procédé existant et à un coût raisonnable) et précise que seuls les déchets ultimes seront admis en décharge depuis le 1^{er} juillet 2002. Des solutions alternatives doivent être rapidement adoptées. Jusqu'à ce jour, cette solution était très répandue mais la tendance des responsables des Centres d'enfouissement technique (CET) est de refuser de plus en plus leur admission. L'administration essaie donc de limiter le nombre de ces décharges, de contrôler strictement leur gestion en raison de la saturation des sites existants et de l'application de la nouvelle réglementation. La mise en décharge était déjà soumise aux dispositions de la circulaire du 11 mars 1987 interdisant l'admission de déchets fermentescibles dont la teneur en eau dépasse 70 %.

1.5.4.2. Recyclage

Certaines graisses peuvent être réutilisées en lipochimie mais elles ne concernent pas les déchets graisseux issus de stations d'épuration en raison des exigences de qualité demandées.

La réutilisation des graisses dans la fabrication d'aliments pour le bétail ne concerne pas non plus les déchets graisseux issus des stations d'épuration. En effet, tout déchet gras mis en contact avec les matières fécales, collecté de façon non sélective ou possédant un indice d'acidité supérieur à 10 %, ne peut prétendre à ce type de traitement.

L'épandage est une solution largement utilisée pour les boues de stations puisqu'il concerne 50 % des boues produites mais également pour plus de 28 % du volume produit. Du point de vue réglementaire, l'épandage est soumis au Règlement Sanitaire Départemental (RSD). Mais les corps gras n'y sont pas nommément cités bien qu'ils fassent partie des déchets pour lesquels le RSD précise les bonnes pratiques permettant d'éviter la pollution des eaux avec notamment le respect des distances du point sensible et des périodes d'épandage.

Du point de vue de la fertilisation, le déchet graisseux est peu intéressant en raison de sa teneur très faible en azote et phosphore. De plus, lors de l'épandage, les graisses peuvent entraîner un certain nombre d'inconvénients : asphyxie des sols (Beture, 1996) ; mauvaise biodégradabilité des graisses sur les sols ; inhibition de la germination par les acides gras (Hélaine & Labatut, 1995a).

Un épandage massif de graisses seules n'est donc pas envisageable et les quantités préconisées, de l'ordre de 1 à 3 tonnes de graisses/ha/an, semblent être raisonnables. Un apport de chaux peut, par ailleurs, être nécessaire pour neutraliser les odeurs (Beture, 1996). À titre indicatif, le coût de l'épandage de graisses mélangées à des boues (chaulage et stockage inclus) est compris entre 150 et 180 FHT/t de mélange (Beture, 1996).

1.5.4.3. Concentration (Pré-traitement)

Le procédé de flottation ou aérofiltration permet de limiter les volumes à transporter grâce à l'obtention d'une siccité supérieure à 30 %.

La Coagulation-neutralisation-floculation est un procédé physique basé sur une coagulation au FeCl_3 suivie d'une neutralisation par du lait de chaux et d'une floculation par ajout d'un flocculant organique. Les boues sont ensuite épaissies et déshydratées. Ce procédé ne traite pas la matière organique, il ne fait que la concentrer et le déchet obtenu ne peut plus être mis en décharge depuis 2002. L'effluent issu des phases d'épaississement est encore très chargé et nécessite un traitement avant rejet dans le milieu récepteur (Hélaine et al., 1995b).

Le Procédé Lipoval, développé par le CREED (Centre de recherche et d'essai pour l'environnement et le déchet) et la société ECOPUR, comporte deux étapes :

- une séparation de l'effluent en trois phases (solide, aqueuse et grasse), réalisée par chauffage et coagulation au moyen d'agents naturels ;
- une valorisation de la fraction grasse, en qualité de bio-fioul ou de matière première de seconde génération, pour l'alimentation animale ou la lipochimie. La qualité et la destination finale du concentré gras dépendent évidemment de l'origine du déchet graisseux entrant. Le concentré gras obtenu a un pouvoir calorifique d'environ 80 % de celui du fuel domestique (qui est de 42 000 kJ/kg brut) et sa teneur en soufre est 5 à 10 fois inférieure à ce dernier.

Les caractéristiques des différentes phases sont globalement constantes avec une phase solide très organique, avec un PCI inférieur à celui des ordures ménagères ; une phase aqueuse très importante en volume qui nécessite un pré-traitement avant d'être valorisée et une phase grasse (solide à température ambiante) qui sera hygiénisée par chauffage à 90 °C avant d'être valorisée.

1.5.4.4. Dégradation ou élimination

a) Incinération

L'incinération peut être réalisée spécifiquement ou conjointement avec des ordures ménagères ou des boues de stations d'épuration. Les déchets gras doivent être préalablement déshydratés en raison de leur forte teneur en eau. Les déchets gras déshydratés peuvent provoquer des coups de feu dans les fours, inconvénient majeur pour la gestion des boues. L'incinération des graisses seules nécessite une siccité de l'ordre de 20 % et représente un PCI important (entre 33 500 à 45 000 kJ/kg de matière grasse). Ce procédé entraîne le traitement des fumées, ce qui augmente le coût de traitement.

b) Traitements et conditionnements chimiques

- Conditionnement chimique par saponification (Kallel, 1994). Les acides gras apparaissent alors sous forme de savons (sels d'acides). Ce traitement permet de liquéfier et d'homogénéiser le produit gras car ces savons sont beaucoup plus solubles dans l'eau que les acides gras. La quantité moyenne de soude utile pour la réaction de saponification est d'environ 40 g de soude par kg de matière sèche de graisse mais elle dépend bien sûr de l'état d'hydrolyse du produit gras à traiter. Une fois les graisses saponifiées par ajout de soude, le produit peut subir un traitement biologique aérobie. Dans ce cas, les temps de séjour dans le réacteur de traitement des graisses peuvent être diminués. Cette saponification induit un moussage excessif dans des milieux brassés et aérés, entraînant des contraintes d'exploitation. Ce moussage peut être limité par l'utilisation de chaux entraînant un précipité de sels d'acides gras.
- Procédé WPO (Bonnard, 1992) C'est un procédé de traitement des effluents industriels aqueux chargés en matières organiques, pouvant être toxiques et/ou non biodégradables. Il met en oeuvre du peroxyde d'hydrogène à haute température en présence d'un catalyseur ferreux, à pH légèrement acide. Le degré d'oxydation obtenu dépend de la dose de

peroxyde d'hydrogène appliquée. Pour les graisses de stations d'épuration le plus souvent non accompagnées de toxiques, cette technique au coût élevé présente peu d'intérêt car le traitement ultime ne doit pas systématiquement être recherché.

c) Compostage

Le compostage des déchets graisseux est réalisé en mélange avec un support (végétaux ou sciures par exemple). Ce sont généralement les techniques en andains ou en tas qui sont utilisées. Le compostage permet une diminution de 40 % du volume brut initial, une diminution de l'humidité de 30 % et l'hygiénisation du produit final par la chaleur. Le résidu obtenu est riche en matières humifiées, en sels minéraux et en micro-organismes. Sa facilité de mise en oeuvre et l'intérêt économique qu'ils présentent sont intéressants mais il est impératif de procéder au préalable à une étude de marché local pour trouver des débouchés. Il faut aussi remarquer que ce traitement entraîne des nuisances olfactives et les quantités de graisses mises en jeu sont assez faibles par rapport aux autres matières utilisées. Ce procédé est sensible aux précipitations et le temps requis à l'obtention d'un produit de qualité est assez long (Beture, 1996). En effet, lors d'une expérience de co-compostage déchets verts/boues de stations d'épuration/déchets gras, seulement 50 % des matières grasses ont été dégradées après deux mois de compostage actif et trois mois de maturation.

d) Lombricompostage

Lombricompostage (ou vermiculture) se réalise avec des vers rouges *Eisina Fétida andrei* sur un support constitué d'un mélange graisses/boues de stations d'épuration ou paille ou fumier. L'obtention d'un produit stable et non odorant est plus rapide que pour un compostage classique. Le lombricompostage est peu développé en France. Son intérêt économique par rapport au compostage traditionnel est faible pour un gisement important. Il s'agit surtout d'un traitement d'appoint simple pour les structures à faible production (en France, les deux seules grosses structures ayant existé sont situées à Toulouse et à Vannes). De plus, la qualité et le comportement du produit obtenu vis-à-vis du sol et de la plante sont encore mal connus et le taux de dégradation apparent est faible.

e) Traitement biologique anaérobie

Le traitement biologique anaérobie comporte trois phases : hydrolyse, solubilisation puis action des bactéries dans l'acétogénèse et la méthanogénèse. Les charges volumiques

appliquées se situent entre 5 et 10 kg de DCO/m³ de réacteur/j et les conditions optimales sont un pH entre 6 et 8, une température entre 30 et 40 °C et un potentiel redox inférieur à -350 mV. Il permet de bonnes performances mais il est difficile à contrôler du fait du faible taux de renouvellement de la population bactérienne. En exploitation, on peut redouter la formation d'une croûte surnageante et l'acidification du milieu (ANRED, 1989, M. Defaye). Les rendements d'élimination varient de 50 à 60 % pour les MES et la DCO totale. Les volumes de gaz produits sont de l'ordre de 0,35 m³ de CH₄/kg de DCO éliminé dont 60 à 65 % de méthane et 30 à 35 % de CO₂ (AESN, 1994).

f) Traitement biologique aérobie

Cette technique présente l'avantage d'être facile à mettre en oeuvre. Elle peut être associée à un conditionnement chimique (saponification) ou à l'utilisation de bioadditifs. La présente étude concerne uniquement le traitement biologique aérobie sans apport de bioadditifs.

g) Bioadditifs

Ces produits, très nombreux sur le marché, se présentent sous forme liquide ou en poudres lyophilisées et contiennent des bactéries lipolytiques sélectionnées (essentiellement de type aérobie facultatif) en grande quantité auxquelles peuvent être associées d'autres substances (enzymes, nutriments...). Les produits en poudre sont les plus répandus actuellement. Ils nécessitent une réactivation avant ensemencement du milieu à traiter alors que les produits liquides sont confrontés à un problème de conservation. Différents créneaux d'utilisation existent en fonction du point d'injection :

- injection dans les réacteurs de traitement biologique des graisses, avec une injection continue ou uniquement pour l'ensemencement ;
- injection dans le dégraisseur pour l'hydrolyse et éventuellement l'assimilation ;
- injection dans le bassin d'aération ou au sein du réseau d'assainissement. Les bactéries utilisées ne sont pas stables dans le temps et ont des difficultés d'acclimatation dans les milieux. Il est nécessaire d'ensemencer régulièrement le réacteur, ce qui augmente le coût d'exploitation.

2. Adjuvants lignocellulosiques

Le bois est un tissu végétal dont les propriétés mécaniques et son pouvoir calorifique en font un matériau apprécié. L'utilisation importante du bois génère un fort tonnage de produits connexes comme la sciure. Cette partie est consacrée à l'évaluation des compositions chimiques du bois et des propriétés qui sont associées.

2.1. Les fibres de bois

La nature fibreuse du bois influence grandement son utilisation, le bois est principalement composé de cellules creuses, allongées et fusiformes arrangées parallèlement au tronc de l'arbre. La Figure 6 décrit l'organisation des constituants du bois :

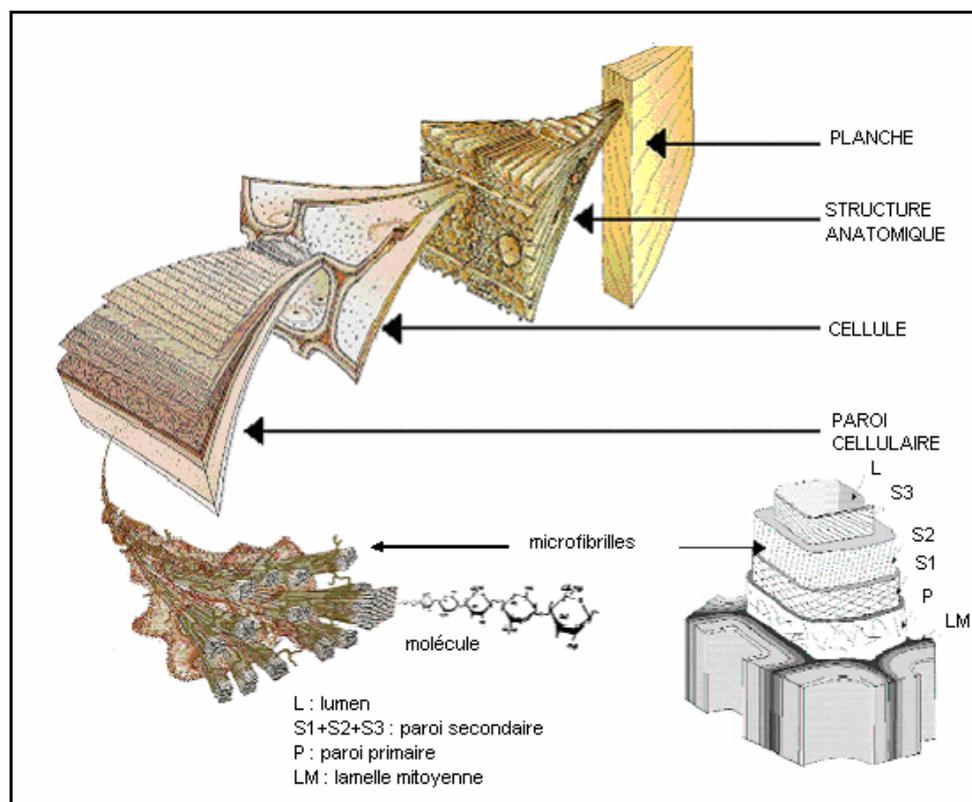


Figure 6 Structure du bois, observations multi échelles (Harrington, 1998)

Les fibres de bois sont principalement composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine (Jodin, 1994) mais aussi une faible proportion d'extractibles, de protéines et de composés inorganiques (Rowell et al., 1997). Les fibres se présentent sous la forme d'un composite multicouches dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant un élément

structurant très rigide qu'est la cellulose. Les fibres présentent une grande variabilité tant du point de vue des propriétés que du point de vue morphologique. Cette variabilité existe entre les espèces, à l'intérieur d'une espèce ainsi que pour un même individu comme le montre les données du Tableau 4. Par exemple, la porosité de la fibre varie considérablement d'une espèce à l'autre, le palmier a une porosité de 10% alors que le coton peut atteindre des valeurs de porosité supérieures à 90%.

Tableau 4. Propriétés de différentes essences (Jodin, 1994)

Essences	Taux de lignine (%)	Longueur de fibre (mm)	% de fibres (de soutien)	Densité moyenne (à 12% H)	Module d'élasticité longitudinal (GPa)
Pin maritime	--	2,7	--	0,550	11,3
Épicéa commun	24	3,2	95	0,450	11,3
Pin sylvestre	27	3,0	93	0,525	11,9
Bouleau	24	1,1	65	0,660	14,6
Hêtre	17	1,1	37	0,720	13,7

2.2. Bois dur et bois tendre

Toutes les espèces de bois sont divisées en deux grandes catégories, les bois dur et les bois tendre. Botaniquement, les arbres à bois dur sont des Angiospermes, i.e dont les graines sont enfermées dans l'ovaire de la fleur. Anatomiquement, les bois durs sont poreux du fait de la présence d'extrémités ouvertes sur les cellules qui, placées à la suite, forme des tubes continues. Ces tubes servent au transport de l'eau et de la sève dans l'arbre. Plus typiquement, les bois durs sont des arbres possédant des feuilles larges qui dans la plupart des cas, en régions tempérées, perdent leurs feuilles en automne ou hiver.

Botaniquement, les arbres à bois tendre sont des gymnospermes ou conifère, dont la graine n'est pas incluse dans les ovaires des fleurs. Anatomiquement, ils sont non poreux donc sans tubulure interne. Les arbres à bois tendres sont dits à feuilles persistantes, qui sont dans la plupart des cas sous la forme d'aiguilles. Seules exceptions, le mélèzes et quelques arbres exotiques perdent leurs feuilles en saisons froides (Panshin, 1980).

Les termes de bois dur et bois tendre n'ont pas une signification directe sur la dureté du bois, plusieurs arbres à bois dur sont plus tendres que certains arbres à bois tendre. Par

exemple, le Douglas, arbre à bois tendre par définition, est très utilisé pour la construction en raison de ses propriétés très denses, dures et résistantes.

2.3. Propriétés physiques

2.3.1. Gravité spécifique

Bien que le bois sec de beaucoup d'espèces puisse flotter sur l'eau, la densité réelle des substances de base qui les composent, est supérieure à 1,55 pour toutes ces espèces. Cette constatation prouve qu'une grande partie du volume du bois est occupée par des cavités cellulaire et des pores, ce qui confère au bois une densité apparente inférieure à 1 pour beaucoup d'espèces.

De ce fait, la densité du bois est un bon indicateur de sa dureté, plus la densité est forte et plus la dureté sera importante, tous autres facteurs étant égaux par ailleurs. On note également une grande variation de la taille des pores cellulaires et de l'épaisseur des parois ce qui confère, à de nombreuses espèces, une plus grande quantité de substances par rapport à d'autres. Dans ces conditions, la densité du bois d'une espèce à l'autre est relativement variable.

2.3.2. Contenu en humidité du bois

Le bois contient de l'eau sous deux formes : l'eau libre contenue dans les cavités cellulaire et l'eau absorbée située dans les capillaires des parois cellulaires. Lorsque le bois vert commence à perdre son humidité, les parois cellulaires restent saturées pendant que l'eau libre s'évapore. Lorsque l'eau libre est complètement évaporée et que les parois cellulaires commencent à perdre leur humidité, l'état est appelé « point de saturation des fibres ». Ce point de saturation se produit pour un contenu d'humidité entre 25 et 30 % pour la plupart des espèces. Le bois en séchant provoque une diminution de son volume qualifié de retrait. Ce phénomène n'apparaît que lorsque l'évaporation de l'eau atteint le point de saturation de la fibre. L'évolution des états d'hydratation du bois est reportée sur la Figure 7.

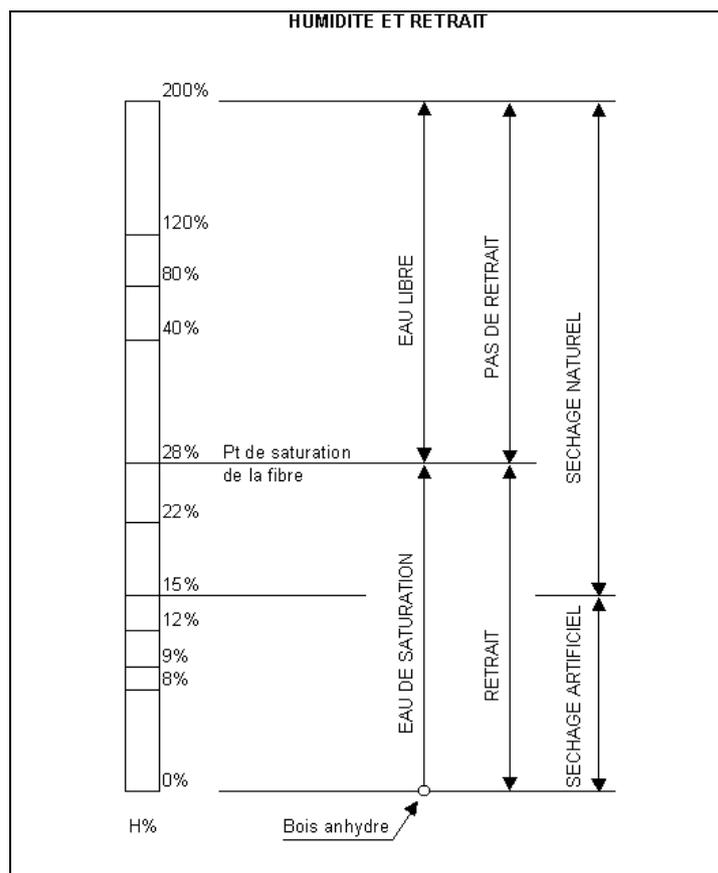


Figure 7 Caractéristique physique du bois selon son humidité

2.4. Composition chimique

La composition chimique élémentaire du bois varie très peu d'une essence à l'autre. Avec des valeurs moyennes de 50% de carbone, 43% d'oxygène, 6% d'hydrogène, 1% d'azote et moins de 1% de cendres (silice, phosphates, potassium, calcium) (Krishna-Prasad et al., 1985). Ces trois molécules permettent la synthèse des trois principales composantes de type macro-polymère qui forment les parois cellulaires du bois, à savoir : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine (Natterer et al., 2000).

2.4.1. La cellulose

La cellulose identifiée par Anselm Payen en 1838, est le constituant majoritaire avec une proportion de 50 % en masse des substances du bois. Cette molécule de fort poids moléculaire, est un polymère linéaire constitué de chaînes de 1 à 4 monomères de glucose β -liés. Pendant la croissance de la plante, les molécules de cellulose forment des fibrilles qui s'organisent en éléments structurants larges formant ainsi la paroi cellulaire des fibres de bois

(Figure 8). La majorité des parois cellulaires est sous forme cristalline (Core, 1979 ; Browning, 1975).

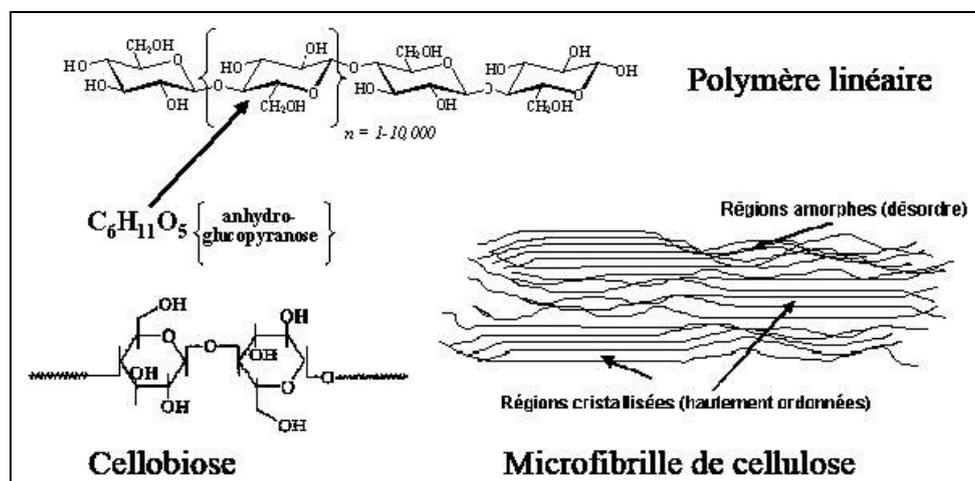


Figure 8 Structure moléculaire et arrangement spatial de la cellulose

Les propriétés des fibres isolées de cellulose ont fait l'objet de nombreux travaux (Page 1 El-Hosseiny, 1976 ; Page *et al*, 1977 ; Kompella 1 Lambros, 2002 ; Wild *et al*, 1999 ; Groom *et al*, 1995). Selon Yamamoto & Kojima (2002), la paroi cellulaire joue un rôle essentiel pour les propriétés hygro-mécaniques des fibres de bois. Le comportement de rupture a été mis en relation avec l'arrangement moléculaire (Mott *et al.*, 1995 ; Mukhersee & Satyanarayana, 1986). Shaler *et al.*, 1995 ont entrepris la reconstitution par modélisation informatique tridimensionnelle de la fibre.

2.4.2. La lignine

Après les polysaccharides, les lignines sont les principaux constituants des plantes. Elles sont présentes dans les feuilles et tiges, jusqu'à 10% de la masse, et jusqu'à 30% de la masse dans le bois (Reid, 1995; Derenne & Largeau, 2001). En moyenne, la lignine représente 23 à 33 % des constituants du bois dans les bois tendres et 16 à 25 % dans les bois durs. Elle est le troisième constituant de la paroi cellulaire et se retrouve essentiellement vers l'extérieur des cellules et entre les cellules. Elle est également qualifiée de ciment cellulaire en liant les fibres de bois entre elles pour former une substance dur et rigide. La lignine est un polymère tridimensionnel formé d'éléments de phénylpropanes assemblés au hasard par différents types de liaisons comme le montre la Figure 9. Sa structure et sa distribution dans le bois ne sont pas parfaitement connues (Sarkanen, 1971). La structure de la lignine varie également entre feuillus et résineux. Les radicaux phényles sont plus souvent remplacés par

des radicaux méthoxyles dans les lignines de feuillus. Ainsi les bois tendres (gymnospermes) contiennent principalement des unités guaiacyl, les bois durs (angiospermes) contiennent des lignines composées en quantités égales de guaiacyl et de syringyl.

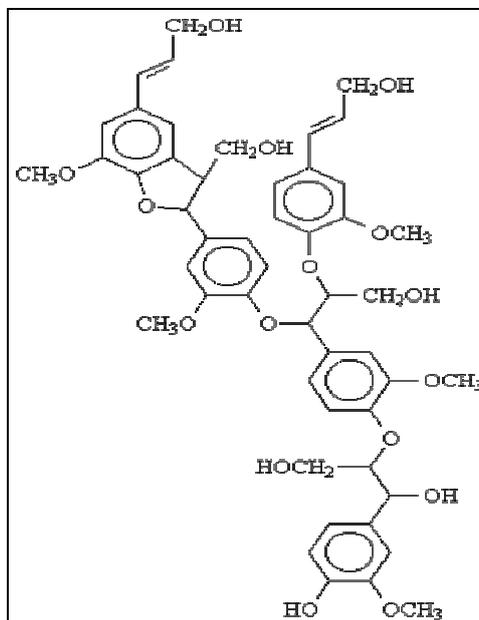


Figure 9 Structure moléculaire de la lignine

2.4.3. L'hémicellulose

Les hémicelluloses sont des polymères plus courts ou ramifiés de sucres à 5 atomes de carbone (pentoses), tels que le xylose, ou de sucres à 6 atomes de carbone (hexoses) autres que le glucose (Figure 10). Elles sont de structure amorphe et forment avec la lignine la gangue dans laquelle sont enrobées les fibrilles de cellulose. Si la structure de la cellulose est la même dans les différentes espèces, par contre les hémicelluloses varient considérablement selon l'essence, et notamment entre feuillus et résineux. Les hémicelluloses de feuillus sont généralement plus riches en pentoses, tandis que les hémicelluloses de résineux contiennent habituellement davantage d'hexoses.

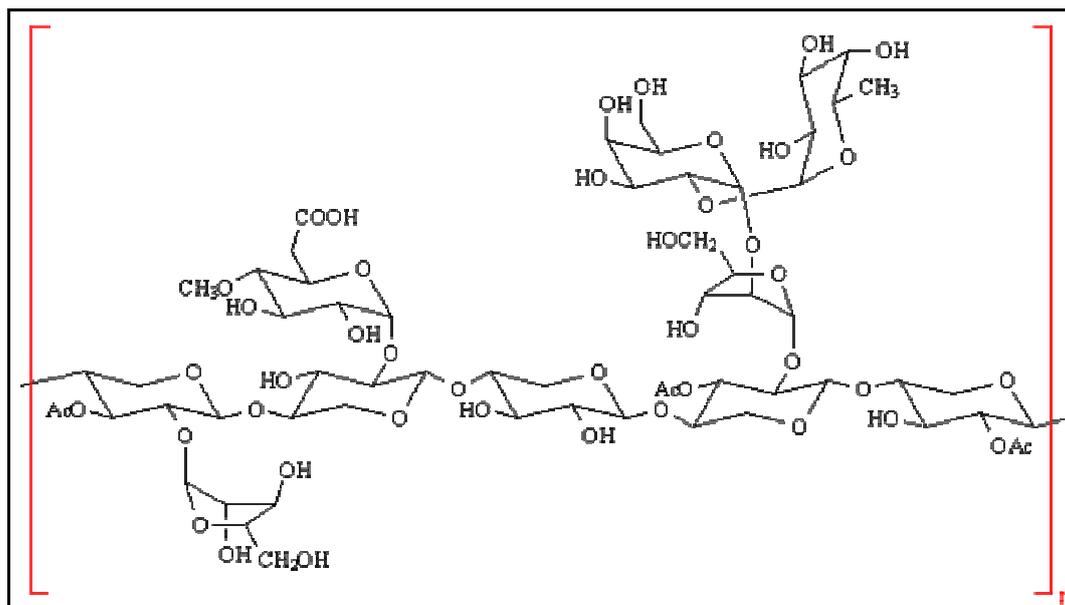


Figure 10 Structure moléculaire de l'hémicellulose

Les substances extractibles, contrairement aux constituants majeurs du bois, ne sont pas des éléments de structure. On les trouve sous forme organique, contribuant aux propriétés du bois comme la couleur, l'odeur, le goût, la résistance aux attaques extérieures, la densité, l'hydrophobicité et l'inflammabilité. Les extractibles comprennent les tannins et polyphénols, les colorants, les huiles essentielles, les graisses, les résines, les cires, la gomme d'amidon ainsi que les intermédiaires métaboliques simples. Le terme extractible vient de leur propriété à s'extraire du bois par des solvants comme l'eau, l'alcool, l'acétone, le benzène... Ces constituants peuvent représenter de 5 à 30 % du bois suivant les espèces, les conditions de croissance ainsi que l'époque de prélèvement du bois dans l'année.

2.4.4. Les composés inorganiques

Les composants inorganiques constituent généralement 0,2 à 1 % des substances du bois. Calcium, potassium et magnésium sont les éléments les plus abondants. Sous forme de traces (<100 ppm), on retrouve du phosphore, sodium, fer, cuivre, zinc et parfois d'autres éléments (Browning, 1975).

Tableau 5. Composition typique de bois de résineux et feuillus.

	Composition massique (%)		Rôle
	Résineux	Feuillus	
Cellulose	40-45	38-50	Renfort
Hémicellulose	7-15	19-26	Matrice
Lignine	26-34	23-30	Matrice
Extractibles	4	4	Lubrifiant
Cendres	< 1	< 1	-

D'une manière plus générale, Natterer et al. (2000) jugent que la composition du bois ne varie pas beaucoup d'une essence à l'autre. On peut considérer les pourcentages suivants : cellulose de 40 à 50%, hémicellulose de 25 à 40% et lignine de 20 à 35%.

2.5. La problématique des sciures

2.5.1. Evaluation du marché du bois en France

Le marché français est riche en variété de bois avec essentiellement six espèces de résineux et trois de feuillus. La majeure partie de la production est destinée au bois d'œuvre. Ces données sont présentées sur la Figure 11.

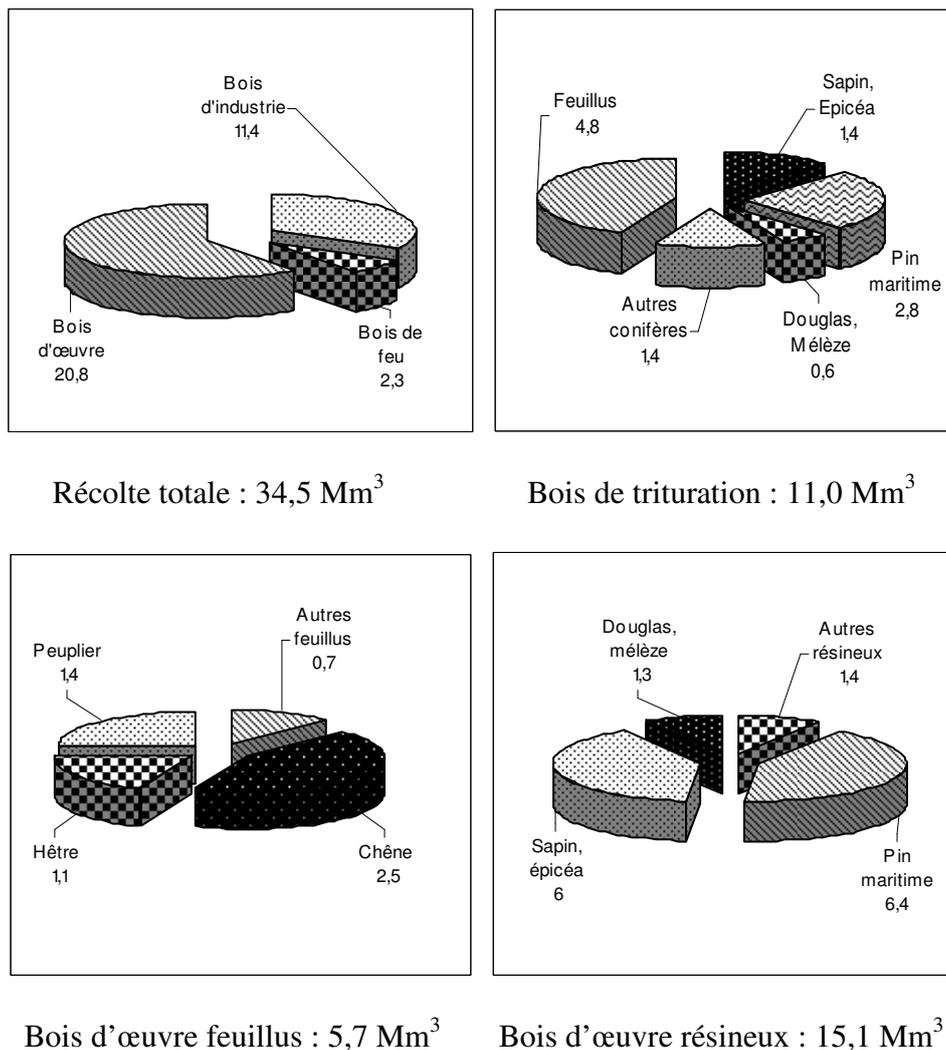


Figure 11 Récolte totale commercialisée de l'exploitation forestière en 2003 (donnée en Mm³) (Source : SCEES / Agreste « production de bois et sciage 2003 », AFOCEL 2005)

2.5.2. Etat des lieux de la réglementation française sur les déchets ligneux

La loi du 13 juillet 1992 a complété la loi cadre sur les déchets du 15 juillet 1975 en insistant sur le développement de la prévention, de la valorisation et du recyclage. Elle a pour important corollaire la limitation à partir du 1er juillet 2002 du stockage des déchets aux seuls déchets ultimes. Cette loi comporte trois définitions importantes :

- La valorisation des déchets : ce mot apparaît pour la première fois dans la loi française. La valorisation des déchets consiste dans " le réemploi, le recyclage ou toute autre action visant à obtenir, à partir de déchets, des matériaux réutilisables ou de l'énergie ",
- Les déchets industriels spéciaux qui, en raison de leurs propriétés dangereuses figurent sur une liste fixée par décret, et ne peuvent être déposés dans des installations de stockage recevant d'autres catégories de déchets,
- Les déchets ultimes qui sont " les déchets, résultant ou non du traitement d'un déchet, qui ne sont plus susceptibles d'être traités dans des conditions techniques et économiques du moment, notamment par extraction de la part valorisable ou par réduction de son caractère polluant et dangereux ".

Parmi les dispositions de la loi, on peut relever en particulier la responsabilité du producteur de déchet : " toute personne qui produit ou détient des déchets [...] est d'en assurer ou d'en faire assurer l'élimination ". Ceci est la concrétisation du principe " pollueur-payeur ". On note également dans cette loi les obligations des collectivités locales : les communes ou les regroupements de communes doivent assurer la collecte et l'élimination des déchets des ménages et ceux produits par les artisans et commerçants. Les collectivités locales peuvent assurer cette collecte et ce traitement sans sujétion particulière, eu égard aux quantités produites et à leurs caractéristiques. La loi du 13 juillet 1992 a été précisée par plusieurs circulaires successives, dont la plus récente est la circulaire du 28 avril 1998 dite " circulaire Voynet " sur la mise en oeuvre de plans départementaux d'élimination des déchets ménagers et assimilés. Ce texte rappelle, d'une part que " l'objectif de résorption des décharges (...) devait être fermement maintenu ". Il manifeste, d'autre part, une volonté de réorientation des plans en faveur du recyclage. " Cette réorientation doit se traduire par un aménagement des objectifs antérieurement définis de façon à intégrer d'avantage de recyclage matière et organique et, ainsi, de limiter le recours à l'incinération et au stockage aux seuls besoins ".

2.5.3. Déchets et produits connexes de la filière bois

La filière bois produit des déchets à chacune des étapes de transformation. On retrouve :

- Les résidus de l'exploitation forestière : souches, houppiers, branchages...

- Les produits de première transformation du bois provenant des scieries, papeteries, et qui sont composés d'écorces, de sciures, copeaux...
- Les déchets issus de la seconde transformation (ameublement, fabrication de palettes, de charpentes...) composés de copeaux, de chutes, de sciures...
- Les produits usagés et les emballages : caisses, palettes, cageots, bois d'ameublement ou de démolition...

Les déchets de bois sont des déchets industriels banals, mais certains bois traités sont des déchets industriels spéciaux et doivent être éliminés de manière spécifique. Les emballages en bois relèvent de la réglementation sur les emballages et doivent donc être valorisés.

2.5.4. Valorisation actuelle

Les résidus de l'exploitation forestière sont pour l'essentiel rendus au sol. Les produits connexes de la filière bois peuvent suivre plusieurs types de valorisation matière comme la fabrication de pâte à papier, la fabrication de panneaux (agglomérés) ou de produits composites, de produits en bois moulé, le réemploi (réparation de palettes), le compostage, les litières animales, le charbon de bois, le paillage ou le conditionnement des sols...

La valorisation énergétique se fait par combustion du bois avec récupération de chaleur ou d'électricité. Elle peut se faire à l'état de déchet brut ou sous forme de produit préparé (granulés, briquettes, bois déchiqueté).

Les bois traités doivent suivre les mêmes filières d'élimination que les Déchets Industriels Spéciaux et doivent être incinérés ou traités de manière appropriée.

2.5.5. Principales applications en filtration

Les sciures sont actuellement utilisées pour le conditionnement des boues afin d'homogénéiser et rendre peltable les boues industrielles semi-liquides. Cette application est réalisée avant ou non une étape de déshydratation sur filtre. Les poudres de bois s'utilisent aussi dans la filtration des huiles de coupe en substitution des adjuvants comme les diatomées et perlites pour la régénération des huiles entières dans les industries de la mécanique. L'utilisation se fait dans la filtration d'effluents de raffinerie, filtration d'effluents agro-

alimentaires de type amidonnerie et filtration de boues d'atelier de peinture et de lavage (Forget, 2002).

La part de ce marché reste actuellement marginale puisqu'elle permet l'élimination d'un faible tonnage de sciures par an pour des opérations de filtration. Malgré un potentiel prometteur dans ces secteurs, la poudre de bois ne bénéficie pas d'une image de marque comme les produits spécialisés pour ces secteurs ayant des garanties de sérieux et de sécurité. Les qualités des poudres de bois restent donc à dégager au cours de recherches poussées permettant de mettre en avant les réels intérêts apporter par ce produit.

2.5.6. Caractéristique des adjuvants lignocellulosiques pour la filtration

Des études ont montrés que les granulométries les plus fines étaient les plus adaptées pour une application de filtration de boues urbaines ou industrielles dans le cadre d'une application sur filtre sous pression. Au-delà de 500 μm , ces adjuvants sont qualifiés de sciures, en dessous de 500 μm , ces produits prennent la dénomination de poudre ou farine de bois (Forget, 2002).

Nenkova et al. (2004) ont montré l'efficacité des matériaux tels que la laine effilochée et laine synthétique, la lignine hydrolysée, les sciures de bois et les écorces comme absorbants pour l'élimination des corps gras en émulsion dans l'eau. D'autres matériaux tels que des sciures de bois exotiques ou des broyats de feuilles d'arbre ont montré leur potentiel dans l'élimination des résidus graisseux des effluents (Annunciado et al., 2005). L'efficacité des adjuvants lignocellulosiques dans le cadre d'une déshydratation des boues est fortement influencée par la quantité ajoutée mais également le temps de contact avec la boue avant filtration (Annunciado et al., 2005, Chen, 2003). Ces études ont également mis en évidence l'importance de la granulométrie du produit suivant l'application à laquelle ils sont destinés. Enfin d'autres travaux ont été consacrés à l'utilisation de sous produit comme adjuvant de filtration comme les cendres d'incinération qui présentent un certain intérêt lors d'essais sur des boues organiques (Chia-Hung et al., 2003)

3. La filtration

Toutes les industries de fabrication ou de transformation sont génératrices de déchets liquides. La plupart de ces industries sont équipées d'un système de traitements de leur eau en interne ce qui génère de très important tonnage de boue. La forte teneur en eau des boues liquides et homogénéisées issues du traitement des eaux usées, est nuisible à leur conditionnement, transport et valorisation. L'étape de déshydratation est donc essentielle dans le cadre d'une gestion raisonnée et durable des déchets liquides. Ce chapitre reprend les principales techniques de déshydratation ainsi que les lois de la filtration qui leurs sont associées. Un état des lieux de la filière des boues grasses est également discuté afin d'identifier les industries génératrices et les méthodes de valorisation actuelles.

3.1. Définition

Le but de la filtration est de séparer les constituants d'un mélange liquide - solide par passage à travers un milieu filtrant. Cette opération est beaucoup plus rapide que la sédimentation et donc plus utilisée. Le procédé de filtration peut être continu ou discontinu.

3.2. Les techniques de déshydratation mécanique

3.2.1. Filtre continu (Mériguet, 1997)

Pour les filtres continus, la surface filtrante fermée sur elle-même se déplace lentement devant l'alimentation; le gâteau atteint une certaine épaisseur et dès qu'il sort de la partie filtrante il est détaché par un système raclant. Un cycle de lavage puis d'essorage est souvent adjoint. Ces filtres constituent un investissement plus important mais ils ont un coût de fonctionnement moindre: ils conviennent donc aux productions importantes.

Les appareils fonctionnent principalement sous vide comme les filtres rotatifs à tambour et les filtres à bande. Ces derniers ont des applications identiques mais les filtres à bande traitent des bouillies plus épaisses (jusqu'à 50 % de solide).

3.2.1.1. Filtre rotatif à tambour

Il est constitué par deux tambours cylindriques coaxiaux; le tambour extérieur supporte une toile filtrante. Le tambour rotatif sous vide est partiellement immergé dans une auge recevant les suspensions à filtrer. Il est divisé en plusieurs zones :

- zone de filtration: le liquide est aspiré et le gâteau se dépose sur le filtre.
- zone de lavage: le gâteau est lavé grâce à un arrosage par de l'eau.
- zone d'essorage du gâteau.
- zone de séchage et décollage : l'air comprimé est introduit par les canalisations; le gâteau est donc séché et décollé du filtre puis détaché à l'aide d'un racloir.

Ces machines sont souvent encombrantes, avec des frais d'exploitation élevés (surtout en énergie). La productivité reste faible malgré un coût élevé des conditionnements. Kovasin (1988) a montré que ces filtres sont les plus utilisés pour la filtration de pulpes précipitées dans l'industrie du papier. Ils trouvent également de nombreuses applications dans l'industrie minière où du minerai pour l'élimination de l'eau. Selon Wakeman & Tarleron (1999), les filtres fonctionnent bien pour des dimensions particulières de 1-700 μm et des concentrations en matière sèche de l'ordre de 3-30 %.

Les boues générées restent liquides avec des performances allant de 16 à 22 % de siccité pour les boues organiques. Dans le cas de boues minérales, les rendements dépassent les 30 %. Sur des boues huileuses, il y a nécessité de réaliser une précouche afin de protéger les toiles contre les actions hydrofugeantes. Dans ce cas, le fonctionnement n'est plus continu. De plus, ce système ne s'applique pas aux boues à caractère hydrophile.

3.2.1.2. Filtre à bande presseuse

Cette technique trouve essentiellement des applications dans les petites et moyennes installations notamment pour une valorisation agronomique de la boue. Les exigences de siccité dans ce cas sont moins importantes ce qui correspond bien au faible rendement de cette technique (20 % de siccité en moyenne).

Ces machines relativement compactes se présentent sous forme d'un châssis mécanosoudé réalisé en inox ou acier. Une bande sans fin horizontale en caoutchouc synthétique tourne sur deux tambours dont l'un est moteur. La bande de caoutchouc est

perforée à intervalles réguliers d'orifices allongés qui passent au fur et à mesure du déroulement devant des chambres sous dépression. Elle est revêtue d'une toile de filtration adaptée au mélange liquide-solide à séparer. On retrouve les zones de filtration, lavage et séchage. Le gâteau est parfois détaché à l'aide d'un racloir. Ces filtres peuvent fonctionner à 4, 5 ou 7 bars suivant les performances de déshydratation souhaitée.

Le fonctionnement se divise en 5 étapes :

- Il y a floculation au polymère dans un bac tampon sous agitation, ce bac permet la répartition de la boue sur toute la largeur de la bande presseuse.
- La boue floculée passe sur une zone d'égouttage gravitaire représentant la longueur de la machine. Cette étape permet de pré-concentrer la boue par égouttage simple de l'eau interstitielle libérée par floculation.
- La boue subit ensuite un pré-pressage lors de la convergence avec la deuxième bande filtrante : phase de pressage autour du rouleau.
- La boue est alors pressée de façon progressive grâce à des rouleaux mobiles et réglables (ajustement progressif de la pression et de la tension des toiles suivant la concentration des boues). Plus on décale les rouleaux et plus on accroît la surface de pressage et la pression sur la boue. En plus de la compression, les boues subissent un effet de cisaillement améliorant la siccité. Les toiles glissent l'une sur l'autre de façon alternative. Une seule toile est entraînée par un motovariateur entraînant l'autre par frottement. Du fait de l'épaisseur de boue, serrée par les bandes, leur vitesse angulaire respective est différente ce qui induit un glissement d'une toile sur l'autre. Ce glissement est compensé au passage sur le rouleau suivant puisque la bande extérieure au niveau du premier rouleau devient la bande intérieure de rouleau suivant, on parle alors de cisaillement ou glissement alterné.
- Enfin, la boue déshydratée est raclée sur chaque bande filtrante se déversant dans une pompe gaveuse, un convoyeur ou autre système.

Ce matériel permet d'obtenir des performances de siccité de l'ordre de 20 % en moyenne mais qui varient beaucoup selon la nature des boues (compressibilité), la concentration et la qualité de la floculation. Les eaux de filtration sont souvent très chargées et doivent donc retourner en tête de chaîne de traitement.

Ces machines présentent l'avantage d'être simples et robustes, facilement transportables. La déshydratation est continue et l'énergie nécessaire est relativement faible. Le problème vient de l'utilisation d'eau continue pour le lavage des toiles et les performances de déshydrations restent nettement inférieures à beaucoup d'autres techniques.

3.2.1.3. Système par décanteur centrifuge

Le principe consiste à appliquer une force centrifuge sur les particules en suspension provoquant une décantation accélérée séparant la matière du filtrat. Cette force centrifuge est provoquée par l'accélération de plusieurs milliers de g. Elle constitue une technique ancienne de déshydratation des boues résiduelles.

L'efficacité de la centrifugeuse dépend d'une part de l'homogénéité de la boue au cours du temps et de l'efficacité du conditionnement, mais également du réglage de la machine, du débit de la pompe d'alimentation et de dosage en flocculant enfin de la vitesse différentielle. Elle permet d'obtenir des boues avec une siccité allant jusqu'à 30 % et une moyenne de 20-25 %. Elle présente l'avantage d'être peu encombrante et absente de nuisances autres que sonore. Elle sont facilement automatisable et ne nécessite pas de personnel en cours de fonctionnement. L'application se limite à un seul type de conditionnement à l'aide de polymère, avec un dosage moyen de 3 à 9 kg/t de MS.

3.2.2. Filtre discontinu

Dans le cas des filtres discontinus, l'alimentation de la suspension et le chargement du solide se font par intermittence. La filtration est arrêtée quand la capacité au-dessus de la surface filtrante est remplie ou que le colmatage du filtre atteint une valeur limite.

3.2.2.1. Filtre de Nütsch

Ce filtre fonctionnant sous vide est l'équivalent industriel du Büchner de laboratoire.

2.2.2. Filtre presse

Il constitue une des techniques de déshydratation les plus répandues. Le filtre fonctionne sous pression, séparant la phase liquide de la phase solide afin d'obtenir un gâteau de filtration et le filtrat. Il existe des filtres-presses à plateaux chambrés et à plateaux membranes.

Pour les filtres à plateaux chambrés (Figure 12), ses éléments sont serrés avec un vérin hydraulique entre un bâti fixe et un sommier mobile. Les toiles filtrantes sont disposées autour des plateaux. Les plateaux forment alors des chambres de filtration, le dépôt de matière sur la toile entraîne une perte de charge à l'écoulement du filtrat qui provoque une montée en pression pouvant aller jusqu'à 20 bars. Le filtrat est récupéré par des robinets sur chaque plateau ou par des canalisations en bout de filtre. A pression maximum, la pompe va réguler cette pression ce qui entraîne une diminution du débit jusqu'à une valeur seuil, la filtration alors est terminée et le noyau d'alimentation encore liquide est chassé à l'air comprimé. On procède alors au débâtissage, les plateaux sont écartés pour libérer le gâteau solide. Cette étape peut être manuelle ou entièrement automatisée. Les gâteaux tombent sous le filtre dans une benne ou sur un système de convoyage (vis ou tapis). Le lavage des toiles s'effectue après plusieurs pressées, avec une fréquence variable suivant le type d'application.

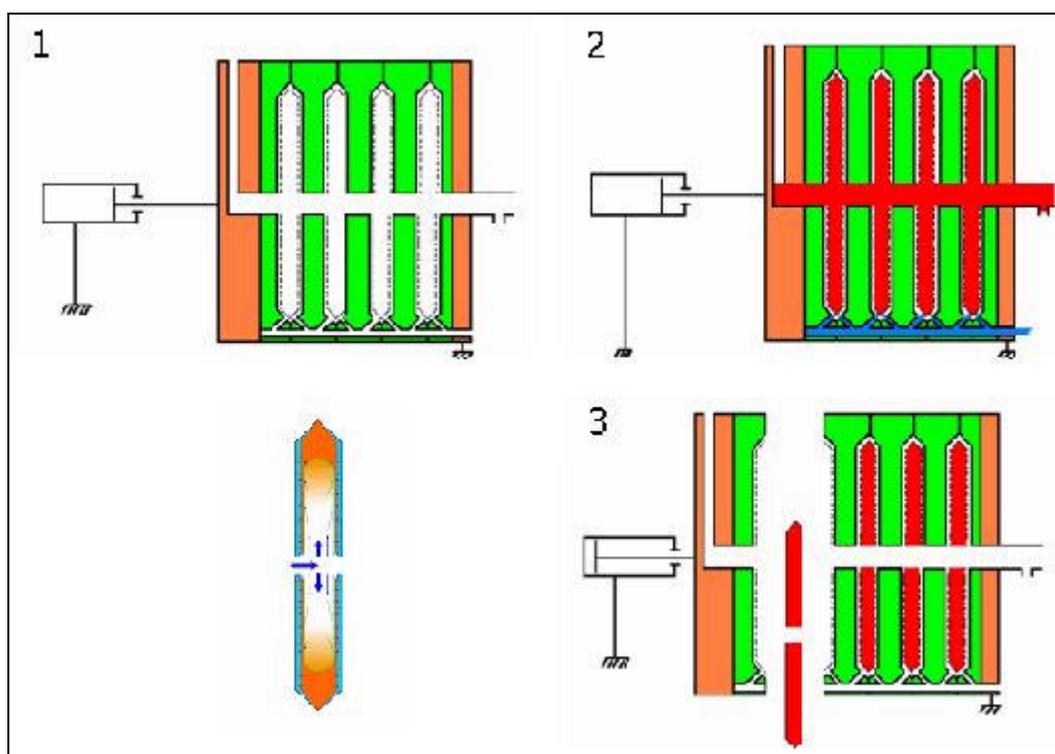


Figure 12 Principe d'un filtre presse à plateaux chambrés

Le principe de fonctionnement d'un filtre-presse à membrane décrit en Figure 13, fonctionne avec une première phase identique à celui d'un filtre-presse à plateaux, à la différence près que la pompe d'alimentation s'arrête à une pression de filtration maximale de 8 bars. A la phase suivante, les membranes sont gonflées avec de l'air ou un liquide (jusque 15 bars), réduisant ainsi le volume de la chambre de filtration. Cette opération permet d'éliminer

plus de liquide de la matière solide augmentant ainsi la siccité des gâteaux de filtration. Ce procédé permet d'améliorer la siccité d'environ 5 points et une diminution du temps de cycle de 20 à 50 %. Les gâteaux sont également plus facilement décollables.

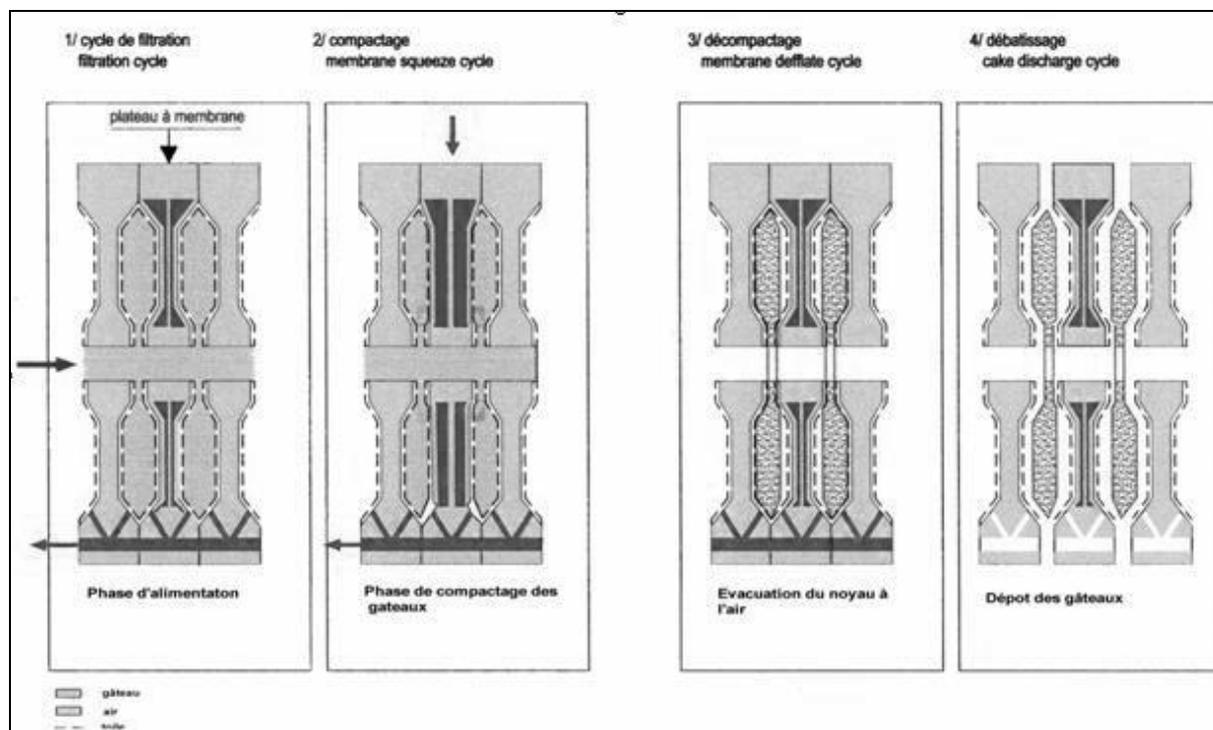


Figure 13 Principe de fonctionnement du filtre-pressé à plateaux membrane

Les performances des filtres-pressés sont considérées comme les plus élevées parmi les machines de déshydratation mécanique avec des siccités moyennes supérieures à 30 %. Ce procédé permet de réduire de façon importante les volumes de boues, de plus, l'aspect solide des boues facilite leur stockage et leur transport. Les siccités importantes obtenues permettent d'envisager plusieurs solutions de retraitement des gâteaux notamment agricole, incinération, compostage, mise en CET ou encore stockage long.

3.3. Théorie de la filtration

3.3.1. Définition

Une opération de filtration avec formation d'un gâteau peut se diviser en deux étapes : la filtration et la compression. Pendant la filtration, les particules en suspension se déposent sur le média filtrant formant ainsi un gâteau. Le gâteau constitue alors un milieu poreux non consolidé. La compression intervient lorsque le gâteau a rempli la totalité de la chambre de

filtration, le piston va alors compresser le gâteau pour extraire un maximum d'eau jusqu'à atteindre un état d'équilibre, sans écoulement de filtrat. Le gâteau atteint sa valeur de concentration maximale appelée siccité limite (Figure 14).

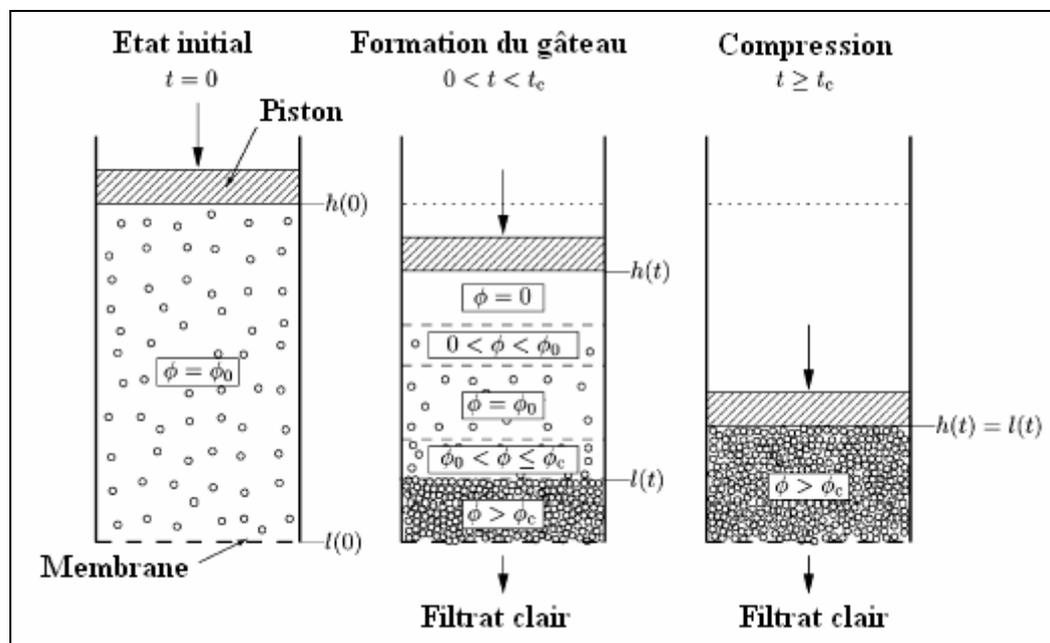


Figure 14 Description des étapes lors d'une filtration sous pression d'une suspension floculée (Bürgera et al., 2001) avec Φ la concentration volumétrique du solide, h la hauteur du piston et l l'épaisseur du gâteau.

Les facteurs importants dont dépend le taux de filtration sont (Coulson & Richardson, 1991) :

- L'épaisseur du gâteau (L)
- variation de pression dans le filtre (ΔP)
- la surface filtrant (S)
- la viscosité du filtrat (μ)
- la résistance du gâteau (R_c)
- la résistance du média filtrant (toile et les premiers dépôts de particules du gâteau) (R_m)

Dans un processus de clarification, la concentration des boues (c) et la résistance spécifique (α) sont des facteurs importants qui affectent les performances de la filtration.

La filtration avec formation de gâteau peut être interprétée de deux façons différentes, dans un cas, le travail se fait avec une pression fixée, on parle alors de filtration à pression constante. Dans un autre cas, la pression est augmentée afin de maintenir un débit de filtrat constant, on parle de filtration à débit constant (Coulson & Richardson, 1991).

3.3.2. Mise en équation du phénomène de filtration/compression

Les lois de filtration, notamment sur support sont tirées des relations établies par Darcy (1856), ces lois ont été reprises par Ruth (1935) afin de relier le débit du liquide à travers un milieu poreux à la chute de pression responsable de l'écoulement, en considérant l'épaisseur de gâteau (z) Ruth a établi :

$$u = -\frac{K}{\mu} \frac{dP}{dZ} \quad (1.1) \text{ et la vitesse de du liquide s'écrit } u = \frac{1}{S} \frac{dV}{dt} \quad (1.2)$$

Avec k la perméabilité, P la pression, u le débit par unité de surface, Z l'épaisseur du milieu filtrant et μ la viscosité dynamique (le signe négatif est lié au fait que la pression diminue dans le sens général de l'écoulement).

A partir de ces équations, il est possible d'introduire le facteur dR_z , représentant la notion de résistance à l'écoulement par unité de surface de la couche dZ . dR_z s'exprime également par le rapport de la masse de gâteau déposée dans la couche dM_z par unité de surface A , et α_z la résistance spécifique de la couche dz de gâteau.

$$dR_z = \frac{dZ}{K} = \alpha_z \frac{dM_z}{S} = R_m + R_g \quad (1.3) \quad \text{et} \quad \frac{dM_z}{S} = dw \quad (1.4)$$

En combinant les équations (1), (2), (3) et (4) tire la relation suivante :

$$\frac{1}{S} \frac{dV}{dt} = \frac{dP}{\mu(R_m + R_g)} \quad (1.5) \quad \text{ou} \quad u = -\frac{1}{\mu \alpha_z} \frac{dP}{dw} \quad (1.6)$$

dw et dz sont reliés par l'équation :

$$dw = \rho_s (1 - \varepsilon) dZ \quad (1.7)$$

Avec ε la porosité (volume des vides par unité de volume de gâteau) et ρ_s la densité du solide.

k et α sont reliés par l'équation :

$$K = \frac{1}{\rho_s(1-\varepsilon)\alpha} \quad (1.8)$$

Les équations précédentes ont été reprises par Wakeman & Tarleron (1999) à partir des lois de Hagen-Poiseuille.

3.4. Filtration sous pression

3.4.1. Gâteaux compressibles et incompressibles

Les gâteaux de filtration sont classés comme des gâteaux compressibles ou incompressibles (Coulson & Richardson, 1991).

- Pour un gâteau compressible, l'augmentation de la différence de pression ou du débit provoque la formation d'un gâteau plus dense avec une résistance supérieure.
- Pour un gâteau incompressible, la résistance au débit pour un volume donné de gâteau n'est pas affectée ni par la différence de pression à travers le gâteau ni par le volume de gâteau déposé.

Dans le cas de gâteau compressible, α varie en fonction de l'épaisseur du gâteau et donc le gradient de pression n'est pas linéaire. La valeur de α varie dans le temps, par conséquent les équations de suivi ne peuvent pas être strictement appliquées. Cependant, en pratique la variation de α est souvent ignorée et une valeur moyenne est obtenue expérimentalement.

R_m varie également avec la variation de pression puisque le débit maximum provoqué par une grande variation de pression peut forcer les particules dans le milieu filtrant. Cependant, comme l'effet est important seulement dans les premiers temps de la filtration, R_m peut être supposée constante lors de toute filtration et ainsi déterminer sa grandeur par les données expérimentales (McCrabe et al., 1993).

3.4.2. Variation de pression totale

Elle est définie comme la somme de la variation de pression à travers le milieu filtrant depuis l'alimentation jusqu'à la partie la plus lointaine du milieu (Rhodes, 1997).

$$\Delta P = \Delta P_C + \Delta P_m \quad (1.9)$$

Kozeny et Carman ont développé un modèle présentant le gradient de pression à travers un gâteau d'épaisseur L (McCabe et al., 1993). Cela fonctionne pour tous les lits de filtration quelques soient les formes et distributions de grandeurs.

$$\frac{dp}{dL} = \frac{150 \cdot \mu \cdot u (1 - \varepsilon)^2}{(\phi_s D_p)^2 \varepsilon^3} \quad (1.10)$$

Avec L l'épaisseur, p la pression à l'épaisseur L, u le débit du filtrat, μ la viscosité, ε la porosité du gâteau, D_p le diamètre des particules et Φ_s , le facteur volumétrique de forme. Dans la plupart des cas, la variation de pression est exprimée en fonction du rapport surface sur volume au lieu du diamètre et de la forme des particules. En remplaçant les paramètres Φ_s et D_p par la donnée $6(v_p/s_p)$, l'équation précédente prend la forme :

$$\frac{dp}{dL} = \frac{4,17 \cdot \mu \cdot u (1 - \varepsilon)^2 \left(\frac{s_p}{v_p} \right)}{\varepsilon^3} \quad (1.11)$$

Avec v_p le volume d'une particule et s_p la surface d'une particule.

Parfois, lorsque les particules du gâteau sont considérées comme compressibles ou que la fraction des vides est très faible, le coefficient 4,17 peut être supérieur.

La vitesse de filtration superficielle s'exprime par :

$$u = \frac{dV/dt}{S} \quad (1.12)$$

Avec V, le volume de filtrat collecté depuis le début de filtration à un temps t.

Le volume des solides dans la couche dL équivaut à l'expression $S(1-\varepsilon)dL$. La masse de solide est alors calculée en multipliant ce volume par la densité du solide ρ_s

$$dm = \rho_s(1-\varepsilon)SdL \quad (1.13)$$

En éliminant dL des équations précédentes, on obtient la relation :

$$dp = \frac{k_c \cdot \mu \cdot u(1-\varepsilon) \left(\frac{S_p}{V_p} \right)^2}{\rho_p S \varepsilon^3} dm \quad (1.14)$$

Avec k_c égale à 4,17.

La porosité et l'épaisseur du gâteau peuvent se mesurer de façon expérimentale d'après les travaux de Benkalha, et al. (1995) à partir de l'équation de Kozeny-Carman sous la forme :

$$dp = \frac{150 \cdot (1-\varepsilon)^2}{(\phi_s D_p)^2 \varepsilon^3} \cdot \mu \cdot u \cdot \delta_c \quad (1.15)$$

L'épaisseur du gâteau est représenté par δ_c et peut s'exprimer à partir de la masse connue de gâteau déposée, m :

$$\delta_c = \frac{m}{\rho_s(1-\varepsilon)S} \quad (1.16)$$

L'équation de Kozeny-Carman prend alors la forme :

$$dp = \frac{150}{(\phi_s D_p)^2} \frac{(1-\varepsilon)^2}{\varepsilon^3} \cdot \mu \cdot u \cdot \frac{m}{\rho_s S} \quad (1.17)$$

En utilisant dp et u mesurés pendant la filtration, cette équation peut se calculer par la méthode de Newton-Raphson afin de déterminer ε .

La porosité du gâteau peut également être mesurée en utilisant l'analyse thermogravimétrique, c'est-à-dire en mesurant le rapport de masse sèche sur masse humide du gâteau (Hwang & Hsueh, 2003). Une technique optique in situ par photointerrupteur est

utilisée pour mesurer l'épaisseur dynamique du gâteau (Lu et al., 2001), le système envoie un faisceau lumineux continu détectant l'épaisseur du gâteau en temps réel par interruption de ce faisceau.

3.4.3. Cas de gâteau incompressible

Si l'on considère les particules de la suspension comme rigide, le gâteau est alors qualifié d'incompressible et tous les facteurs de l'équation générale de Kozeny-Carman, sauf m , sont indépendants de L et l'équation peut être directement intégrée (Wakeman & Tarleron, 1999) :

$$\int_{p'}^{p_a} dp = \frac{k_c \mu u (1 - \varepsilon) \left(\frac{s_p}{v_p} \right)^2}{\rho_p A \varepsilon^3} \int_0^{m_c} dm \quad (1.18)$$

Ou,

$$p_a - p' = \frac{k_c \mu u (1 - \varepsilon) \left(\frac{s_p}{v_p} \right)^2}{\rho_p S \varepsilon^3} = \Delta p_c \quad (1.19)$$

La résistance spécifique est alors définie par :

$$\alpha = \frac{\Delta p_c S}{\mu u m_c} = \frac{k_c (1 - \varepsilon) \left(\frac{s_p}{v_p} \right)^2}{\rho_p \varepsilon^3} \quad (1.20)$$

3.4.4. Gâteau et milieu / résistance de la toile

3.4.4.1. Définitions des paramètres de résistance

Pendant la filtration, l'accumulation de particules solides sur le filtre aura pour conséquence une augmentation de la résistance du passage des boues au travers. La résistance R peut alors se diviser comme la résistance du gâteau et la résistance de milieu filtrant (Rhodes, 1997).

$$R = R_c + R_m \quad (1.21)$$

La résistance du milieu filtrant est donnée par l'équation suivante (McCabe et al., 1993).

$$R_m = \frac{\Delta P_m}{\mu \cdot u} \quad (1.22)$$

La résistance du gâteau est considérée comme directement proportionnelle à la quantité de gâteau déposée soit :

$$R_c = \alpha \cdot w \quad (1.23)$$

Avec w , la masse de gâteau déposée par unité de surface filtrante et α , la résistance spécifique du gâteau.

La masse gâteau w est reliée avec le volume de filtrat par la relation :

$$wA = cV \quad (1.24)$$

Avec c , la concentration de solide dans la boue (masse par unité de volume de filtrat).

La résistance variable du gâteau est donnée par l'expression suivante :

$$R_c = \alpha \cdot \frac{c \cdot V}{S} \quad (1.25)$$

La résistance spécifique du gâteau est donnée par l'équation suivante (McCabe et al., 1993) :

$$\alpha = \frac{\Delta P_c S}{\mu \cdot u \cdot m_c} \quad (1.26)$$

Sous la forme de l'expression de Kozeny-Carman (McCabe et al, 1993) :

$$\alpha = \frac{k(1-\varepsilon)}{\varepsilon^3 \phi^2 D_p^2 \rho_p} \quad (1.27)$$

Les connaissances concernant la résistance de la membrane et du gâteau sont facilement déterminées expérimentalement. Cependant, des formules semi-empiriques existent afin d'estimer R_m et R_c (Ho & Sirkar, 1992).

3.4.4.2. Résistance de la membrane

La résistance hydraulique d'une membrane (R_m) se définit comme la résistance à l'écoulement du filtrat au travers cette membrane, la résistance d'une membrane représente alors l'inverse de la perméabilité (A) :

$$R_m = \frac{1}{A} = \frac{S\Delta P_m}{Q} \quad (1.28)$$

Il est alors possible de calculer expérimentalement la valeur de la résistance d'une membrane à partir des valeurs de débit (Q) et de pression appliquée (ΔP_m).

Cette résistance dépend de l'épaisseur de la membrane, de la taille des pores et des variations morphologiques du système comme la tortuosité, la porosité et la distribution de la taille des pores. En admettant que les pores de la membrane se comportent comme des capillaires cylindriques de rayons uniformes perpendiculaires à la surface de la membrane, la résistance peut se calculer en utilisant la relation de Hagen-Poiseuille :

$$u = \frac{n_p \pi r_p^4 \Delta P_m}{8\mu L} \quad (1.29)$$

Avec n_p le nombre de pores par unité de surface et L l'épaisseur de la membrane. Par conséquent, R_m est donné par :

$$R_m = \frac{\Delta P_m}{\mu u} = \frac{8L}{n_p \pi r_p^4} \quad (1.30)$$

Ce qui indique que la résistance de la membrane augmente avec l'augmentation de l'épaisseur de la membrane et diminue avec l'augmentation de la taille des pores et leur densité. Elle augmente également si la toile s'encrasse par capture de particules à l'intérieur de la membrane. En revanche, elle diminue avec la porosité (Belfort, 1994).

La porosité de la membrane (ε_m) se définit comme le volume des vides de la membrane sur le volume totale, et la surface spécifique (S_m) comme la superficie des pores sur le volume de solide. Pour une membrane possédant des pores cylindriques uniformes, on a $\varepsilon_m = n_p \pi r_p^2$ et $S_m = 2 n_p \pi r_p / (1 - \varepsilon_m)$, R_m peut alors s'exprimer sous la forme suivante :

$$R_m = \frac{K(1 - \varepsilon_m)^2 S_m^2 L}{\varepsilon_m^3} \quad (1.31)$$

Cette dernière équation est utilisée avec une constante $K=2$ pour une membrane possédant des pores cylindriques uniformes. Pour d'autres membranes où la structure des pores varie, cette équation peut être appliquée mais avec des valeurs différentes de K en fonction de la morphologie de la membrane et de la structure des pores (Ho & Sirkar, 1992).

3.4.4.3. Résistance du gâteau

Lorsqu'un gâteau est considéré comme incompressible, sa porosité et sa résistance sont indépendantes de la pression appliquée. La résistance du gâteau (R_c) est souvent exprimée à partir de l'équation de Kozeny-Carman qui se présente sous la même forme que celle de R_m :

$$R_c = \frac{K(1 - \varepsilon_c)^2 S_c^2 \delta_c}{\varepsilon_c^3} \quad (1.32)$$

Avec δ_c l'épaisseur du gâteau, ε_c la fraction des vides dans le gâteau et S_c superficie des solides par unité de volume de solide dans le gâteau. Pour des particules sphériques de rayon r , la surface spécifique s'écrit $S_c = 3/r$, la fraction de volume ε_c dans un gâteau arrangé de façon aléatoire est approximativement 0,4, et la constante K est reprise par Grace (1953) par la valeur 5.

Sachant que la résistance du gâteau est proportionnelle à son épaisseur, une résistance spécifique par unité d'épaisseur (α_c) est définie par :

$$\alpha_c = R_c / \delta_c \quad (1.33)$$

Connaissant la relation (22) $R_c = \alpha_c w$, il est possible d'établir les équations suivantes :

$$w = \rho_s (1 - \varepsilon_c) \delta_c \quad (1.34)$$

Et

$$\alpha_c = \rho_s (1 - \varepsilon_c) \alpha \quad (1.35)$$

La résistance spécifique (α) est fonction du diamètre des particules (d_p), de la porosité du gâteau (ε) et de la densité des particules (ρ_p). A partir de là, Carman (1938) a établi la relation suivante :

$$\alpha = 180(1 - \varepsilon) / (\rho_p \cdot d_p^2 \cdot \varepsilon^3) \quad (1.36)$$

On peut en déduire que plus les particules sont petites et plus la résistance du gâteau est forte.

Cependant, beaucoup de constituants des boues, notamment organiques, comme les cellules microbiennes, sont hautement compressibles. Plus la pression appliquée augmente et plus la compression des gâteaux est importante ce qui entraîne une diminution du volume des pores et une augmentation de la résistance (Ho & Sirkar, 1992).

Pour des particules compressibles ou déformables, l'expression de la résistance spécifique est plutôt difficile à évaluer. Dans ce cas, la loi de Darcy peut être appliquée sous une forme générale (Ward, 1987) :

$$u = \frac{1}{S} \frac{dV}{dt} = \frac{\Delta P}{\mu \cdot \alpha (1 - \varepsilon) \rho_s \delta_c} \quad (1.37)$$

3.4.4.4. Cinétique de filtration

La cinétique de filtration est un aspect important dans la détermination de l'efficacité de la séparation. Cette cinétique peut être décrite à partir de la loi de Darcy appliquée au cas de gâteau incompressible (Coulson & Richardson, 1968).

$$\frac{dV}{dt} = \frac{KS\Delta P}{\mu H} \quad (1.38)$$

Avec dV/dt , le débit de filtration, K la perméabilité du gâteau, S la surface filtrante, ΔP la variation de pression à travers le gâteau, μ la viscosité absolue de l'eau et H l'épaisseur du gâteau. Dans cette expression, K/H est également appelé la résistance moyenne à la

filtration R. Dans la filtration de particules en suspension, la résistance du filtre comprend deux composantes (cf. 3.4.4.1). L'expression de la cinétique de filtration devient donc :

$$\frac{dV}{dt} = \frac{S\Delta P}{\mu(R_m + R_c)} \quad (1.39)$$

De cette relation, il en ressort des informations qualitatives sur le débit de filtration :

- Il augmente quand l'épaisseur du gâteau diminue. Il faut donc disposer d'un gâteau le plus étalé possible sans avoir de fissures qui causerait une rupture de la différence de pression de part et d'autre du filtre.
- Il augmente quand la surface filtrante augmente.
- Il augmente quand la viscosité diminue: une augmentation limitée de la température peut être intéressante mais cette possibilité perd de son intérêt en cas de filtration sous vide à cause de l'augmentation de la tension de vapeur.

A partir des expressions des résistances vues précédemment, on obtient alors l'équation :

$$\frac{dV}{dt} = \frac{S^2\Delta P}{\mu(SR_m + \alpha cV)} \quad (1.40)$$

3.7. Mesure des propriétés de compression

Les effets de la compression peuvent se mesurer en supposant que la résistance spécifique du gâteau est une fonction de la pression appliquée.

$$\bar{\alpha} = \alpha_0 \cdot \Delta P^n \quad (1.41)$$

Où α_0 représente une constante liée principalement à la taille et la forme des particules composant le gâteau, n est le facteur de compressibilité du gâteau qui varie entre 0 pour un gâteau incompressible à des valeurs forte pour des gâteaux fortement compressible. Cette donnée est obtenue expérimentalement, en mesurant les résistances spécifiques du gâteau avec des pressions variables, et en traçant le logarithme de α en fonction du logarithme de ΔP . Généralement, les expériences sont le plus souvent réalisées entre 0,5 et 2 bars (Borelage et al. 2003).

Cette interprétation est une simplification du phénomène de compressibilité du gâteau, en effet dans ce cas, on suppose que la compression dépend de la variation de pression au travers de la couche de gâteau et de la membrane. En réalité, la porosité et la résistance spécifique du gâteau sont variable suivant l'épaisseur du gâteau (Ho & Sirkar, 1992). Dans ce cas, α_x est une fonction de la porosité locale ε_x (Ward, 1987). Le gâteau est considéré comme une série de fines couches, parallèle à la membrane, d'épaisseur dx et de porosité ε_x . La pression totale appliquée se divise en P_x la pression hydraulique et P_s la pression de compression dans le solide soit $P = P_x + P_s$ et $dP_x + dP_s = 0$. Les expériences menées, on montrée que ε_x est minimale dans la zone proche de la membrane, là où la pression P_x est faible et maximale à l'interface entre la gâteau et la suspension où P_x est forte (Tiller & Kwon, 1998 ; Ward, 1987 ; Tiller & Green, 1973).

Les effets de la pression sur les propriétés du gâteau ont été étudiées par la méthode de compression-perméabilité sur cellule de filtration (Grace, 1953 ; Shirato et al., 1968 ; Rawling et al., 1970), plusieurs équations empiriques ont pu être mises au point pour décrire la variation de α et ε en fonction de la pression. Les formes les plus simples sont les suivantes (Wakeman & Tarleron, 1999) :

$$\bar{\alpha} = \alpha_0 P_s^n \quad (1.42)$$

Et

$$\bar{\varepsilon} = \varepsilon_0 P_s^{-\lambda} \quad (1.43)$$

Avec α_0 et ε_0 respectivement la résistance spécifique et la porosité à une pression définie. n et λ sont des paramètres obtenus de façon empirique. P_s est une pression de compression agissant sur le gâteau dans la cellule de filtration (action du cylindre et piston). Dans ce cas, la mesure de P_s est différente de la variation de pression pour le passage du filtrat dans le gâteau ΔP . A partir de ces équations, il est possible d'éliminer le facteur P_s ce qui donne l'équation :

$$\bar{\alpha} = \alpha_0 (\varepsilon / \varepsilon_0)^{\frac{n}{\lambda}} \quad (1.44)$$

3.4.5. Résistances spécifique et hydraulique des boues organiques

La capacité d'une boue à subir une déshydratation est un facteur clé pour la détermination de l'appareil et du conditionnement à mettre en place. Trois paramètres courants peuvent être définis :

- le temps de filtration avec un Büchner (Tenney et al., 1970)
- le temps de succion capillaire (Baskerville & Gale, 1968 ; Vesilind, 1988)
- la résistance spécifique du gâteau (Coakley & Jones, 1956 ; Swanwick & Davidson, 1961 ; Gale, 1967 ; Kavanagh, 1980).

La résistance spécifique des boues organiques est fortement influencée par certains constituants des polymères exocellulaires bactériens comme des polysaccharides, des protéines et des lipides. L'évaluation de la dispersion des floccs dans la suspension renseigne sur la qualité de filtration. Plus les floccs sont petits et plus la concentration en solides dispersés augmente, ce qui facilite le colmatage des toiles, d'où une augmentation de la résistance au débit et donc de la résistance spécifique. Pour des boues correctement flocculées, le temps de filtration et la résistance spécifique diminuent de façon considérable (Gulas, 1979). La circulation de l'eau dans une structure flocculée peut être appréciée par la méthode du temps de succion capillaire (CST) basée sur la mesure de la diffusion de l'eau libre dans une suspension. Cette méthode conçue par Gale et Baskerville (1967) est un outil de petite taille permettant des mesures de filtrabilité sans besoin de moyen de pression ou de succion extérieur. Cette mesure simple et rapide permet de caractériser la déshydratabilité d'une boue qui diminue avec l'augmentation de la valeur de CST (Vesilind, 1988 ; Chen et al., 2001).

Les suspensions facilement filtrables comme des boues très minérales (suspensions de kaolin, de talc) possèdent des valeurs de résistances spécifiques de l'ordre de 10^8 à 10^{10} m/kg (Endo, 2001), de plus ces matériaux sont considérés comme incompressibles, ce qui facilite la formation d'un gâteau poreux limitant la résistance à l'écoulement. Dans le cas de boues organiques, les valeurs de résistances spécifiques sont beaucoup plus élevées et variables suivant le degré de flocculation, on trouve des valeurs proches de 10^{10} - 10^{12} pour des boues bien flocculées et peu déformables (Sorensen & Sorensen, 1997 ; Rehmat et al., 1997 ; Vesilind, 1974 ; Tchobanoglous, 1979) jusqu'à des valeurs de 10^{15} pour des boues très dispersées (Surucu, 1989 ; Shan, 2004).

4. Le compostage

Le compostage des déchets organiques d'origine urbaine ou industrielle est progressivement devenu une réalité européenne. Le compostage est une filière de valorisation des déchets que les autorités souhaitent développer compte tenu de sa valeur ajoutée sur le plan agronomique, de l'augmentation croissante du gisement de matières organiques brutes et des objectifs élevés de recyclage promus par le Ministère de l'Environnement. Le compostage apparaît comme la technique de valorisation la plus écologique des déchets organiques puisqu'il permet l'élaboration d'un produit fini sans générer d'autres déchets. Cependant, la connaissance des substrats à composter et la maîtrise du processus sont essentielles pour assurer l'obtention d'un compost sain et intéressant d'un point de vue agronomique. Ce chapitre définit le processus de compostage appliqué aux produits organiques en insistant sur le co-compostage de substrats gras. Les principaux paramètres indicateurs du bon déroulement du compostage ainsi que ceux déterminant la maturité et la compatibilité avec l'environnement sont également définis.

4.1. Qu'est ce que le compostage ?

4.1.1. Définition

Le compostage est un processus aérobie de conversion des matières organiques fermentescibles par de nombreux micro-organismes. Ce processus bien maîtrisé aboutit à la formation d'un résidu stabilisé, hygiénisé, désodorisé et riche en molécules humiques, ce produit fini est appelé compost. Le terme "hygiénisé" signifie ici destruction des agents pathogènes. Il correspond à une oxydation de la matière organique avec entre autre formation d'eau et dégagement de dioxyde de carbone et de chaleur.

La transformation des substances organiques est soumise à l'action d'enzymes sécrétées par des micro organismes aérobies qui se succèdent lors des différentes phases (Sharma et al., 1997) comme des bactéries, des actinomycètes, des mycètes, des protozoaires et des algues présents dans la nature (Tuomela et al., 2000, Hassen et al., 2001). Cette conversion peut être assimilée au processus d'humification des sols, c'est un procédé de recyclage de la matière organique (Mustin, 1987 ; Ciavatta et al., 1993 ; Ouatmane et al., 2000).

La matière organique fermentescible contient en proportions très variable et sous des formes plus ou moins accessibles aux microorganismes aussi bien des produits facilement fermentescibles tels que les sucres, les graisses, les protéines, etc., et d'autres dont la décomposition biologique est beaucoup plus lente comme l'hémicellulose, la cellulose, la lignine, etc. et ces matières peuvent être d'origine animale ou végétale.

Le compost peut assurer la fertilité en même temps que l'équilibre des sols. Il augmente également la biodiversité de la pédofaune. Il permet de maintenir une activité biologique par les micro-organismes assurant ainsi le rôle de dépollution naturelle des sols. Il combat efficacement l'érosion et le lessivage des éléments fertilisants en restructurant la terre grâce à sa composition en humus qui lui confère à la fois la fonction d'amendement organique et d'engrais minéral (Magdi et al., 2004 ; Zorpas et al., 2003). Son apport régule l'humidité, le pH et la disponibilité en substances nutritives (Cegarra et al., 1993; Wong et al., 1999; Ouédraogo et al., 2001).

Suivant leurs origines, les composts peuvent avoir différentes compositions et donc différentes qualités fertilisantes, mais selon Brinton (2000) ou Scotland (2004) les caractéristiques standards d'un compost sont :

- un pH de l'ordre de 7,0-8,5
- une humidité de 35-55 %
- une teneur en matière organique supérieure à 25 %
- une teneur en azote total (Kjeldahl) de l'ordre de 8,1 Kg/tonne de matière fraîche
- Des teneurs en calcium, CaO de 50 Kg/tonne de matière fraîche, en potassium, K₂O de 6,7 Kg/tonne de matière fraîche, en phosphore P₂O₅ de 3,4 Kg/tonne de matière fraîche, en magnésium de 2 Kg/tonne de matière fraîche et Soufre de 1 Kg/tonne de matière fraîche.

4.1.2. Déroulement du compostage

Biochimiquement, le compostage est un processus continu au cours duquel différentes réactions se produisent parallèlement et consécutivement. Généralement, le compostage se déroule en trois phases décrites en Figure 15.

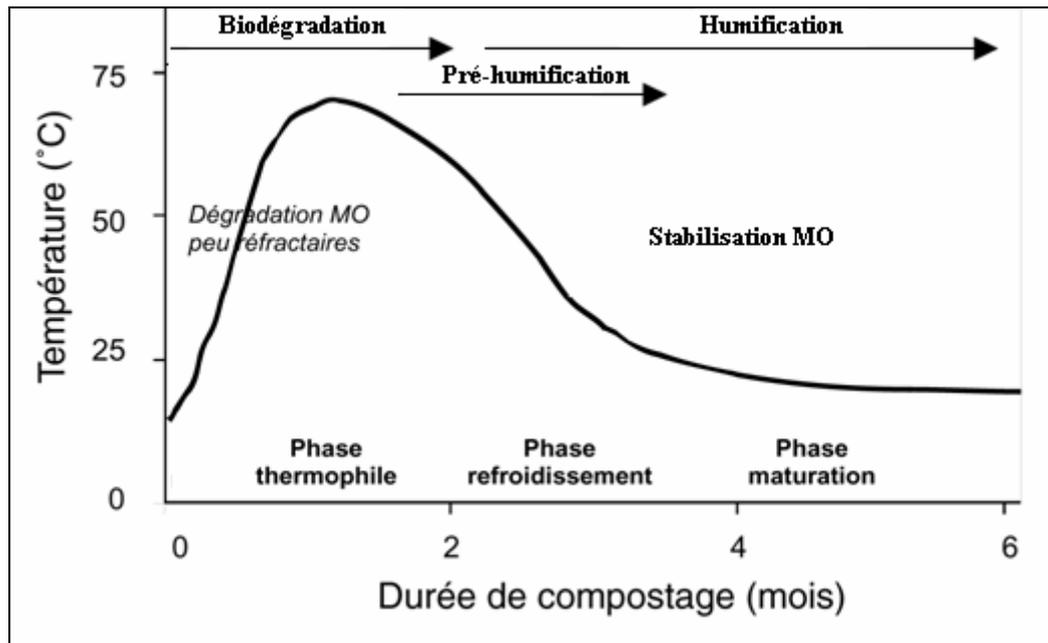


Figure 15 Grandes étapes et évolutions de la matière au cours du compostage adapté de Francou (2003).

Lors de ces différentes phases, plusieurs enzymes permettent la biodégradation de macromolécules facilement décomposables par des réactions de rupture de liaisons atomiques et d'oxydation suivies d'une phase de stabilisation dominée par une intense activité microbiologique qui s'accompagne d'une élévation de température (phase thermophile). Par la suite, la production de chaleur diminue et la température baisse progressivement pour se stabiliser à des températures inférieures à 40 ° C, indiquant l'épuisement du milieu en molécules simples et dominée par les processus d'humification (phase de maturation) et pouvant durer plusieurs mois (Klamer & Baath, 1998, Hassen et al., 2001). Les phases finales font surtout appel à des phénomènes de polymérisation et de polycondensation des molécules néoformées (Chefetz et al., 1998 ; Tuomela et al., 2000; Tiquia et al., 2002 ; Mondini et al., 2004) permettant l'obtention d'un produit riche en substances humiques très polymérisées et mature afin de ne pas générer une nouvelle fermentation une fois dans le sol (Sanchez-Monedero et al., 2004).

4.2. Paramètres physico-chimiques classiques du compostage

4.2.1. Généralités

Les conditions nécessaires au bon développement des activités micro-biologiques doivent être les meilleurs et leur suivi est indispensable pour évaluer la bonne conduite du

compostage. Ces paramètres majeurs interviennent simultanément et non successivement (Jiménez & García, 1992 ; Bernal et al., 1996). La composition chimique du substrat à composter doit avoir un équilibre trophique nécessaire au maintien de la flore, estimé généralement par le rapport carbone sur azote C/N. Le pH, la température et l'humidité sont des paramètres interdépendants et difficilement dissociables. Les auteurs s'accordent pour donner des valeurs optimales à ces paramètres. Liang et al. (2003) étudient plus spécifiquement les effets de deux paramètres, l'humidité et la température de dégradation des biomatériaux. L'humidité semble être le paramètre ayant la plus grande influence. Cela suggère un contrôle du procédé par l'humidité et non par la température qui constitue une mesure indirecte de l'activité biologique.

Les valeurs de pH et de température au cours du procédé ou sur le compost lui-même sont optimaux lorsqu'ils permettent une hygiénisation du produit, une vitesse de dégradation rapide et une humification suffisamment active (Smars et al., 2002 ; Sundberg et al., 2004). Ces paramètres sont fonction de la nature du substrat et des conditions particulières de mise en oeuvre du procédé.

4.2.2. Paramètres physiques

4.2.2.1. Température

L'augmentation de température est due à l'activité des micro-organismes qui en oxydant la matière organique des substrats libèrent ainsi l'énergie contenue dans les liaisons chimiques des molécules constitutives. Une partie de cette énergie contenue dans les liaisons chimiques de la matière organique est récupérée par leur métabolisme mais une part importante est perdue et dissipée dans l'atmosphère. Une température minimale est nécessaire à l'activité des micro-organismes et à la dégradation.

La température constitue l'élément principal de l'hygiénisation d'un compost qui dépend de la nature du procédé et de la durée de maintien de cette température (Martens, 2005). La bibliographie est très fournie sur les conditions optimales pour hygiéniser un compost, Venglovsky et al., (2005) rapportent qu'une température supérieure à 55°C permet l'hygiénisation. Selon Liang et al., (2003), une température située entre 45 et 55°C favorise la biodégradation et entre 35 et 40°C, elle améliore la diversité des micro-organismes. Une

température voisine de 20°C ou supérieure à 82°C inhibe ou ralentie cette activité microbienne.

Le suivi de la température est une mesure indirecte de l'intensité des dégradations. Il renseigne également sur la qualité du processus de dégradation. Par exemple, un épuisement en oxygène induira une baisse d'activité des micro-organismes entraînant une baisse de la température ce qui peut être corrigé par des apports complémentaires. De plus, si la température baisse trop longtemps, il existe un risque de réinfection dû à l'action de certains pathogènes en état de latence (Hamer, 2003).

4.2.2.2. pH

Le pH agit essentiellement par son rôle sélectif sur la microflore responsable de la décomposition des déchets initiaux. Le pH est imposé par la matière première et est soumis au déroulement du process. Globalement, les déchets initiaux ont une acidité légèrement plus forte que les composts finis. Au départ, il y a acidification due à la production d'acides organiques (dégradation des sucres simples) et à la production de d'acide carboniques provenant du dégagement de CO₂ en milieu liquide. Puis durant la phase thermophile, le pH remonte et redevient basique par production du gaz ammoniacal (Bernal et al., 1996) associé à la dégradation de protéines libérant des amines et à la décomposition d'acides organiques (Haug, 1993 ; Mustin, 1987). Le contrôle du pH est souvent utile en fermentation et permet de suivre le processus afin de l'orienter favorablement. Le pH optimal est de 5,5-8,0 (Zorpas et al., 2003, Sundberg et al., 2004) et le suivi de sa valeur est un indicateur du degré de décomposition biologique et biochimique Une déviation du pH vers des valeurs acides (cas d'anaérobiose) peut être corrigée par aération. L'ajout de chaux ou de magnésie peut contrôler l'acidité, alors que l'ajout de soufre peut corriger l'alcalinité (Roig et al., 2004).

4.2.2.3. Teneur en eau

L'eau est nécessaire à la vie et sa teneur ainsi que la nature de sa liaison avec les constituants du compost conditionnent la capacité de démarrage du processus de compostage et la création d'un biotope favorable au déroulement des processus biologiques (Van Ginkel et al., 2002). L'évolution de l'humidité au cours du processus est variable (Inbar et al., 1988). Une teneur en eau trop faible limite le développement microbien, et dans le cas d'une humidité trop élevée, l'eau sature les espaces lacunaires et étouffe les micro-organismes (Kulcu & Yaldiz, 2004). Elle peut augmenter suite à la production d'eau nécessaire aux

réactions d'oxydation de la matière organique. Par contre, elle peut diminuer suite aux évaporations associées aux températures atteintes lors de la phase thermophile, et suite au dessèchement par aération forcée ou par retournement. En revanche, cet assèchement peut être un avantage voir même recherché dans le cas de compostage de substrat liquide comme les lisiers ou les boues de stations d'épuration.... Si la teneur dépasse 70%, l'eau commence à remplir les espaces lacunaires des matériaux et empêche les échanges d'oxygène, provoquant des conditions favorables à l'anaérobiose. La décomposition de la matière organique est fortement ralentie si la teneur en eau baisse en dessous de 20%. En règle générale, l'humidité des matières à composter doit être ajustée à une valeur comprise entre 50 et 70 % selon leur nature, l'optimum de teneur en eau se situant selon les auteurs et les phases du procédé entre 40% et 60% (Tiquia et al., 1998 ; Haug, 1993 ; Mustin, 1987).

4.2.2.4. Teneur en oxygène

La présence d'oxygène O_2 est indispensable au bon déroulement du compostage utilisé dans le métabolisme des micro-organismes. Il joue le rôle de récepteur terminal d'électrons lors de la respiration aérobie et de l'oxydation des substances organiques (Waas et al., 1996 ; Tremier et al., 2005). Les besoins évoluent en cours du compostage avec un maximum au démarrage, lorsque la dégradation de la matière organique fermentescible est intense pendant les premières phases. La disparition progressive de cette fraction provoque une diminution proportionnelle des besoins en oxygène, pendant la phase de maturation, la consommation est très faible. La décomposition de la matière organique par voie oxydative conduit ainsi à un dégagement de gaz carbonique corrélé à une consommation d'oxygène. Il est donc nécessaire d'apporter, dans la matière à composter, de l'oxygène par aération pour que le taux d'oxygène ne soit pas limitant.

Le seuil minimal nécessaire pour maintenir des conditions aérobies est estimé à environ 5 % d'oxygène. En dessous, il y a mise en place de conditions anaérobies qui déséquilibre la flore présente au profit d'une flore anaérobie. Le processus évolue alors vers la méthanisation avec production de biogaz et d'un digestat (résidu solide).

Les systèmes d'aération sont divers et variés : retournements mécaniques, aération forcée ou pilotée, avec ou sans recirculation (Bari & Koenig, 2001). L'apport d'oxygène par retournement ou aération forcée permet de réduire l'humidité initiale si elle est trop forte, de

plus les retournements mécaniques améliorent l'homogénéité du substrat et limite les élévations trop importantes de la température.

4.2.3. Paramètres chimiques

4.2.3.1. Matière minérale

La dégradation de la matière organique entraîne une minéralisation importante du substrat au cours du compostage. Les composts se caractérisent donc par des teneurs en matière organique inférieures à celles des déchets bruts. La diminution relative de matière organique (rapport entre la masse de matière organique perdue et la masse de matière organique initiale) est très variable et dépend des conditions de compostage, de sa durée et des caractéristiques de la matière première. Ces pertes peuvent atteindre 20 à 60% de la matière organique initiale (Iannotti et al., 1994; Canet & Pomares, 1995; Atkinson et al., 1996).

4.2.3.2. Matières organiques

a) Carbone

Le carbone constitue l'élément principal de la matière, il se divise en carbone organique total (COT) et carbone minéral sous forme de carbonate et bicarbonate. Le COT représente généralement plus de 90% du carbone total des composts (Navarro et al., 1993). Les déchets bruts ont des teneurs en COT de 20 à 30% pour les déchets verts (Riffaldi et al., 1986; Vallini et al., 1993) et 30 à 40% pour les boues (Garcia et al., 1992; Ayuso et al., 1996; Bernal et al., 1998).

La teneur en COT diminue au cours du compostage, il est utilisé par les micro-organismes du milieu et minéralisé en partie en dioxyde de carbone (CO₂). La création accidentel de poche anaérobie peut entraîner des émissions de méthane (CH₄) liées à des métabolismes de type fermentaire (He et al., 2000) et cette production représente moins de 2% du COT initial dans le cas d'un compost peu aéré (Beck-Friis et al., 2003).

L'émission d'acides gras volatils peut se produit dans les composts jeunes dans le cas d'une oxydation incomplète du carbone organique et ce qui traduit d'un métabolisme anaérobie. Ils ne sont présents qu'en début de compostage (phase mésophile), représentent moins de 10% du COT, et contribuent à diminuer le pH (Michel & Reddy, 1998; Beck-Friis et al., 2003).

b) Azote

L'azote est le deuxième élément le plus présent dans la matière organique. Au cours du compostage, l'azote organique du substrat se minéralise en ammonium (NH_4^+), et nitrate (NO_3^-) lorsque la nitrification va jusqu'à son terme. Cet azote minéral est réincorporé dans le métabolisme microbien au cours du compostage mais aussi dans la matière organique des composts lors de leur humification et libérée dans la matrice sous forme d'azote minéral (Larsen & McCartney, 2000). La minéralisation devient prédominante en fin de compostage s'accompagnant d'une augmentation de la teneur en NO_3^- (Sanchez-Monedero et al., 2001). On observe donc généralement l'augmentation de la concentration en azote total dans la matière sèche résiduelle. L'azote total représente généralement 1 à 4% de la masse sèche totale du compost de déchets verts seul ou en mélange avec des boues d'épuration, et est composé à moins de 10% d'azote minéral (Canet & Pomares, 1995; Bernal et al., 1998; Brinton & Evans, 2000).

c) Rapport C/N

La biodégradabilité d'un déchet organique est dépendante de son rapport C/N afin d'assurer un bon équilibre en nutriments nécessaire au développement optimal de la biomasse. Beaucoup de travaux ont déterminé des valeurs optimales et des valeurs limites permettant le compostage. Pour un même déchet à C/N compris entre 107 et 18 (par ajout de N), Larsen & McCartney (2000) ont trouvé une biodégradation optimale avec un C/N de 29. Plus généralement il semble que des C/N compris entre 25 et 40 permettent un compostage satisfaisant (Willson, 1989; Leclerc, 2001; Sadaka & El.Taweel, 2003). Cette valeur optimale peut être obtenue par mélange de plusieurs types de substrats ayant des C/N différents et qui sont généralement inaptes à être compostés seuls comme le gazon qui à un C/N très bas (riche en azote) ou le bois dont le C/N est élevé (beaucoup de lignine)

Une large gamme de C/N est mentionnée dans la littérature sur les composts, on trouve par exemple pour des composts jeunes, des C/N variant de 10 (Bernal et al., 1998; Gagnon et al., 1999) à 80 (Roletto et al., 1985b). Le rapport diminue au cours du compostage pour arriver à des valeurs généralement comprises entre 8 et 25 ce qui s'explique par le fait que les micro-organismes consomment plus de carbone que d'azote (Bernal et al., 1998; Eggen & Vethe, 2001).

.Vis-à-vis des autres macronutriments, on considère généralement que leurs teneurs ne doivent pas être limitantes et elles sont rarement mesurées. Les teneurs optimales azote/phosphore varient entre 2 et 5, pour le potassium 0,2 à 0,5%. Pour les autres éléments mineurs comme le soufre, le calcium et le magnésium, les teneurs ne sont généralement pas limitantes.

4.3. Le co-compostage de boue d'épuration grasseuse

4.3.1. Pratique du compostage des boues d'épuration

En France, cette pratique est encore peu répandue puisque seulement 2% des boues de station d'épuration urbaines sont ainsi traitées. Cela concerne une trentaine de stations d'épuration d'eaux usées.

La difficulté vient de la réglementation qui nécessite une démarche d'homologation du compost consistant à faire passer les composts de boues de station d'épuration du statut de déchet à celui de produit fertilisant et support organique de culture [arrêté du 21 décembre 1998 et guide du 22 mars 1999]. L'homologation insiste sur le caractère homogène et la constance de la composition du compost final sans oublier son innocuité. Il est également important de produire un compost ayant une efficacité agronomique. Les futures normes européennes visent à faire du compost un produit de type industriel.

4.3.2. Eléments indicateur de la dégradation : les lipides

Les lipides contiennent beaucoup plus d'énergie que d'autres matériaux organiques, comme l'amidon et d'autres sucres (Fernandes et al., 1988). Cette grande quantité d'énergie représente un avantage pour des processus où les températures importantes sont souhaitables afin de réduire la population microbienne pathogène. En outre, à températures élevées, les vitesses de réaction sont plus rapides, ce qui induit des durées de process plus courtes. La température favorise des changements d'état (liquide ou solide) des lipides notamment par la variation de leur viscosité, de plus elle influe sur leur solubilité (LaPara & Alleman 1997; Becker et al., 1999).

Selon Lemus et al., (2004) l'ajout de lipides a un effet très marqué sur les profils de température, ses expériences menées sur des boues grasses en mélange avec des résidus

de jardin ont montré une dégradation de 39 à 51 % des lipides, et entre 10 et 27 % pour les traitements avec des déchets de cuisine artificiels. Durant la phase de maturation, les réductions de lipides peuvent varier entre 9 et 26 % avec les résidus de jardin et entre 16 et 45 % avec les déchets de cuisine.

Des résultats ont montré une réduction moyenne des lipides de 70 % après 10 jours de processus (Lemus & Lau, 2002). Ce procédé permet d'obtenir un résidu riche en matières humifiées, en sels minéraux et en micro-organismes. Viel et al., (1987a) ont étudié le compostage aérobie de déchets végétaux agricoles avec un ajout de lipides (graisses et déchets d'abattoir). La température du mélange a fait une pointe à 75 °C, la concentration en lipides a diminué de 85% après 79 jours et 99% après 120 jours. Avec une température contrôlée (55-76 °C), Viel et al., (1987b) ont mené des recherches sur le compostage de substrat en mélange contenant 8% en masse de boues d'industrie agro-alimentaire issues d'un flottateur. Le taux de dégradation des graisses a atteint 85% et l'activité microbienne la plus élevée a permis une élévation de température entre 60 et 70 °C.

Le compostage se présente alors comme un bon processus de traitement pour les résidus d'utilisation d'huile minérale (hydrocarbures) et les résidus d'extraction d'huile végétale (Filippi et al., 2002 ; Wan et al., 2002 ; Kirchmann & Ewnetu 1998 ; Cegarra et al., 1996). Le compostage des graisses présente une facilité de mise en oeuvre et un intérêt économique intéressants cependant il est impératif de procéder, au préalable, à une étude de marché local pour identifier des débouchés. Les contraintes de ce procédé sont liées aux nuisances olfactives et les faibles quantités de graisses mises en jeu par rapport aux autres matières utilisées. De plus, ce procédé est sensible aux précipitations (Beture, 1996).

4.3.3. Processus d'humification

La dégradation de la matière organique par les microorganismes libère des composés simples facilement assimilables tels que les sucres qui subiront une minéralisation poussée, cependant, une partie des composés, plus résistants comme la lignine sont transformés en molécules plus complexes appelées substances humiques (Chafetz et al., 1998 ; Kögel-Knabner, 2002). Ces substances sont très hétérogènes, constituées de noyaux aromatiques (phénoliques ou quinoniques) interliés ou reliés par des groupements fonctionnels à caractère acide ou par des chaînes carbonées périphériques (saccharides, peptides...) et regroupés dans

des arrangements moléculaires différents pour former les édifices des substances humiques (Swift et al., 1979; Duchaufour, 1991 ; Schulten & Leinweber, 1996 ; Hertkorn et al., 2002 ; Piccolo et al., 2002; Jarde et al., 2003). Ces caractéristiques rendent difficile la détermination de leurs structures chimiques et l'explication de leur processus de formation (Hayes et al., 1989). Leur poids moléculaire varie de 1 000 et 300 000 daltons (Wolf et al., 2001) et sont subdivisées généralement en trois fractions suivant leur solubilité dans l'eau ajustée à différentes conditions acido-basiques : les humines, acides humiques et acides fulviques.

Ce processus de conversion de la matière organique en composés humiques peut être considéré comme un indice de stabilité et de maturité du compost (Inbar et al., 1990 ; Sanchez-Monedero et al., 2001 ; Ouatmane et al., 2000 ; Wu & Ma, 2002; Ait Baddi et al., 2004). Ainsi, le taux de matières humiques et leurs structures permettent d'apprécier la qualité agronomique d'un compost (Valdrighi et al., 1996 ; Madejón et al., 2001; Spaccini et al., 2002). Le taux de matières humiques est une valeur facilement déterminable, cependant leur formation et leurs structures sont complexes, limitant ainsi l'exploitation de ces données, il en est de même pour les substances du sol (Leinweber et Schulten, 1999 ; Koivula et Hänninen, 2001).

4.3.4. Maturité du compost

4.3.4.1. Phytotoxicité

La stabilité et la maturité du compost sont essentielles pour garantir sa bonne utilisation comme amendement du sol et source de nutriments pour les plantes (Magdi et al., 2004). Un compost instable et immature entraîne des problèmes de stockage et de transport dus à des dégagements gazeux ou mal-odorants, infestation de mouches et moustiques, et des problèmes de phytotoxicité ou de pollution après épandage au sol (Mathur et al., 1993; Tiquia et al., 1998). De plus, un compost immature entraîne une diminution du taux d'oxygène et du potentiel oxydo-réducteur du sol qui peut provoquer la création d'un milieu anaérobie et réducteur. Ces conditions vont favoriser la mobilisation des métaux lourds ou conduire à des réactions inhibitrices ou phytotoxiques, liées à la production d'ammoniac, d'oxyde d'éthylène ou d'acides organiques (Wang et al., 2004).

4.3.4.2. Critères d'évaluation de la maturité

Un compost stable et mature conduira à une minéralisation réduite du carbone apporté en parallèle d'un relargage régulier de l'azote organique associé. Un compost immature trop riche en carbone facilement assimilable provoque une surconsommation d'azote par les bactéries du sol (Bernal et al., 1998). Différents paramètres peuvent être utilisés pour déterminer la stabilité et maturité du compost. Actuellement, il n'existe encore aucun test officiel ou standard pour évaluer chacun des deux critères. Iannotti et al. (1993) ont distingué entre la stabilité du compost estimée en terme d'activité microbienne (taux de respiration ou libération d'énergie) et la maturité du compost qui est déterminée par l'odeur, la germination des plantes tests ou la composition chimique. Herrmann & Shann (1993) suggèrent qu'un compost stable ne signifie pas nécessairement qu'il soit mature puisqu'il peut encore avoir un effet inhibiteur ou phytotoxique sur la croissance des plantes. Etant donné les origines diverses des matières initiales à composter, des méthodes de compostage utilisées et des conditions d'obtention du compost, ces différents paramètres ne sont pas souvent cohérents et ainsi tous les auteurs suggèrent que nul critère n'est adéquat isolément et recommandent une combinaison entre les différentes techniques (Mathur et al., 1993; Senesi et al., 1996, Wang et al., 2004).

5. Conclusion sur l'étude bibliographique

Cette étude bibliographique avait pour objectifs de mettre en évidence les enjeux environnementaux du projet ainsi que les meilleures conditions techniques envisageables. Nous avons défini la problématique des graisses dans l'épuration en identifiant les diversités de composition chimique des lipides et les solutions de valorisation actuellement utilisées. La bibliographie est riche en donnée sur les traitements proposés pour la gestion des graisses mais reste également très critique sur les réels intérêts de ces techniques, les procédés biologiques comme le compostage étant souvent mis en avant. Ces techniques sont à approfondir et dans cette optique le compostage apparaît comme une solution durable et économiquement intéressante.

Les études menées sur la filtration sous pression sont très fondamentales ce qui rend difficile leur transcription à un modèle applicable sur des machines industrielles. Néanmoins, la compréhension des modèles mathématiques définissant le comportement d'un fluide à la

filtration est indispensable pour appréhender une approche rigoureuse. Les publications identifiées ont permis de déterminer les modèles et les outils applicables à notre étude basée sur la déshydratation sur filtre-presse de boues graisseuse conditionnées avec de la poudre de bois. Cette poudre de bois a fait également l'objet d'une analyse bibliographique axée sur les propriétés physiques et chimiques du bois mais également sur les applications actuelles des adjuvants végétaux dans la filtration. Beaucoup de produits de diverses origines végétales ont été étudiés montrant un réel de ces matériaux dans les processus de filtration. Parmi ces produits, les poudres de bois présentent le plus fort potentiel notamment par les tonnages important générés par les industries du bois. De plus, les poudres de bois sont produites à partir de sous produits industriels dont il est intéressant de trouver de nouvelles voies de valorisation.

La littérature sur le compostage est très riche d'informations notamment sur les différents substrats applicables comme les boues d'épuration. Le compostage des graisses agroalimentaires a fait l'objet de nombreuses études qui ont permis de mettre en évidence la faisabilité et l'intérêt du procédé. Cependant, peu de travaux ont permis de fixer des limites au procédé notamment selon la quantité de graisse ajoutée au substrat. Plusieurs substrats ont été étudiés en mélange avec des graisses, les déchets verts ont été utilisés et validés dans plusieurs études.

Partie 2 : Déshydratation des boues graisseuses

Cette étude à pour but de mettre au point une technique de déshydratation des boues grasses conditionnée par adjonction de poudre de bois. Il s'agit d'identifier les poudres de bois les plus adaptées ainsi que les meilleures conditions de mise en œuvre suivant le type de boues grasses à traiter. La démarche scientifique adoptée pour mettre au point le procédé doit permettre de montrer les intérêts techniques et économiques de ce procédé.

1. Matériels et méthodes d'analyses

1.1. Produits et réactifs

1.1.1. Boues traitées

Les essais ont été menés à partir de boues de diverses origines. Trois boues ont été choisies d'après plusieurs critères, à savoir, l'origine et le conditionnement, leur taux de matières organiques ainsi que leur proportion de graisses par rapport à la matière sèche (MS). Ce choix doit permettre d'observer le comportement des principaux types de boues rencontrés dans les stations de traitement des eaux industrielles et urbaines.

- Une boue standard est fabriquée artificiellement à partir de crème de lait. Cette boue est préparée à une concentration de 40 g/l par dilution d'une crème liquide UHT commerciale à 35 % de matière grasse. L'analyse de la solution montre que 95 % de MS est sous forme de graisses et contient 98 % de MVS.
- Une boue industrielle issue d'un traitement primaire par flottation, elle n'a subi aucune modification biologique ou physico-chimique. Ses caractéristiques montrent une quantité de MS de 60 g/L +/- 5 %, un taux de MVS de 97,5 % et une proportion de graisses de 50 % par rapport à la MS.
- Une boue domestique digérée de station d'épuration épaissie par une table d'égouttage. La MS est de 50 g/L avec un taux de MVS de 70 %. La méthode d'extraction montre une très faible proportion de graisse inférieure au pourcent.

Les boues sont caractérisées avant leur traitement par déshydratation. Le taux MS, le taux de matières volatiles (MVS) sont déterminés selon les méthodes standards (NF EN 12880, NF EN 12879). Le taux de graisses est déterminé par la méthode d'extraction de Folch et al. (1957).

1.1.2. Flocculants

Plusieurs polyélectrolytes, également appelés polymères ou flocculants, sont susceptibles d'avoir une action sur ce type de suspension. Le caractère organique de notre suspension a orienté le choix dans une gamme de polyélectrolytes cationiques, se différenciant par leur densité de charge, leur poids moléculaire et leur taux de réticulation. Les

performances des flocculants sur la déshydratation sont évaluées selon deux critères essentiels : le dosage nécessaire pour l'obtention de la floculation souhaitée et la résistance des floccs formés au cisaillement. Nous avons sélectionné 5 flocculants pour nos analyses dont les caractéristiques sont présentées dans le Tableau 6.

Tableau 6. Listes des flocculants testés sur l'effluent standard

Code	Poids moléculaire	Réticulation	Densité de la charge cationique
P1 : FO 4800 SH	Fort	Non	Très forte
P2 : FO 4190 SH	Fort	Non	Faible
P3 : FO 4290 SH	Fort	Non	Moyenne
P4 : EM 640 MBL	Fort	Forte	Forte
P5 : 7878 FS 40	Moyen	Moyenne	Très forte

Les solutions de flocculant sont préparées à 2 g/L de produit commercial pour les poudres et 4 g/L pour les émulsions. Ces conditionnements sont ceux préconisés par les fabricants. L'introduction du flocculant dans la boue est réalisée à l'aide d'une seringue graduée de 50 ml. Pendant l'introduction, la suspension est maintenue sous agitation lente avec un agitateur magnétique et un barreau aimanté. L'agitation est maintenue quelques secondes afin d'assurer une bonne homogénéisation du mélange sans déstructurer les floccs.

1.1.3. Adjuvants lignocellulosiques

Afin d'étudier tous les paramètres, nous avons mis au point des poudres de bois dur et de bois tendre de granulométries différentes. La nature des sciures de bois dur utilisées est essentiellement du hêtre et du chêne et sont directement prélevées dans une scierie. Les poudres de bois tendre sont issues de la production de la société SPPS, le bois est composé principalement de variétés de sapins. Ces composés lignocellulosiques ont été tamisés afin de former trois fractions granulométriques, < à 200 μm , de 200 à 500 μm et de 500 à 1000 μm . Ces poudres de bois sont utilisées lors de la première série d'expérimentation pour l'étude de l'influence de l'origine variétale et afin d'apprécier l'influence de la taille des particules de bois.

Dans une deuxième expérimentation, nous affinerons notre choix de granulométrie à partir des conclusions de la première étude en réalisant des essais sur des poudres de bois de

granulométrie <100, <200, <315, <500, entre 500 et 315, et entre 500 et 200. Les répartitions granulométriques des poudres de bois sont déterminées à l'aide d'un analyseur de particules Malvem Mastersizer 2000. Cet appareil permet l'analyse de particules dont la grosseur varie entre 0,020 μm et 2000 μm . Il utilise les résultats de la diffraction laser comme données de base servant à reproduire la granulométrie de l'échantillon analysé. Les résultats sont présentés sous la forme graphique avec le pourcentage de particules inférieures au diamètre correspondant en fonction du diamètre des particules exprimées en μm .

1.1.4. CST-mètre

Le temps de succion capillaire (CST, Capillary Suction Time) correspond au temps mis par l'eau pour parcourir une distance fixée dans un papier filtre. Le CST est une méthode simple et rapide pour caractériser la déshydratabilité des boues (Vesilind 1988 ; Chen et al., 1996). Elle permet notamment d'évaluer la dose optimale de polymère à appliquer. Lorsque la dose de polymère est optimale, la valeur du CST sera minimale, en revanche si le flocculant est en excès, du fait de son caractère visqueux, il a tendance à augmenter la valeur du CST (Zhao et al., 1998 ; Besra et al., 2003 ; Agarwal et al., 2005). Cette mesure est déterminée à l'aide d'un CST-mètre de marque TRITON type 130 (TRITON Electronics Ltd.).

L'appareil, dont le schéma est repris sur la Figure 16, comprend un réservoir cylindrique de quelques ml en contact avec un papier filtre. En atteignant le point R_1 , l'électrode déclenche le chronomètre au temps T_1 , et stoppe le chronomètre au point R_2 , au temps T_2 . Le volume de filtrat produit dans cet intervalle de temps est alors compris dans les pores du papier entre R_1 et R_2 .

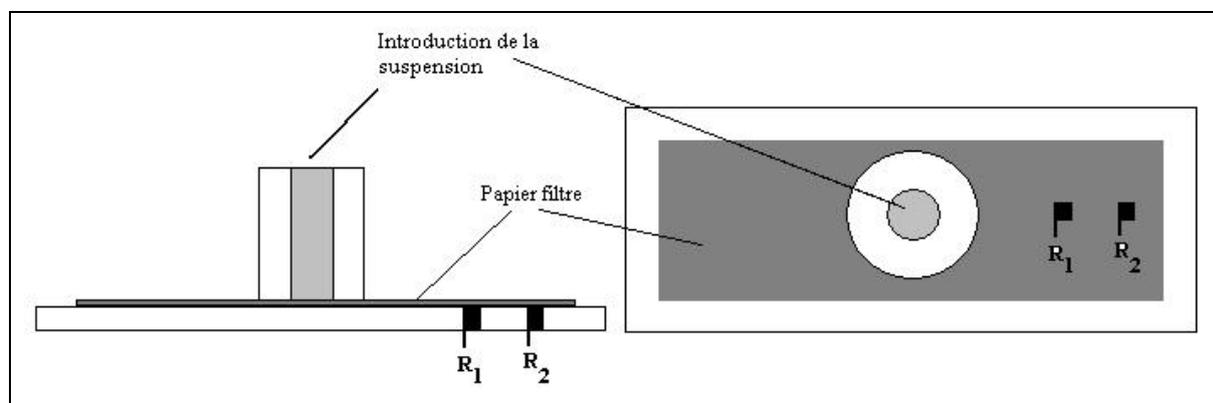


Figure 16 Principe du CST d'après G.H. Meeten & J.B.A.F. Smeulders (1995).

L'étude du comportement des flocculants sur les boues est étudiée à l'aide de mesure du CST. Les premières expériences menées ont permis de comparer les doses de flocculants optimales à introduire sur ce type de suspension afin d'avoir un indice de CST minimale (Lee et al., 2001). Différentes doses de flocculant sont ajoutées à l'effluent standard et pour chaque dose, une mesure de CST est réalisée. Ainsi, plus les boues seront flocculées et plus la diffusion du liquide interstitiel sera facilitée au travers du papier filtre, ce qui donne une valeur de CST de plus en plus faible jusqu'à atteindre la valeur limite qui est celle de l'eau seule.

Cet appareil permet également d'apprécier la résistance des floccs au cisaillement (Wu et al., 2003), une fois la dose optimale de polymère déterminée, on prélève quatre volumes de suspension qui subiront un cisaillement à l'aide d'un agitateur à rotation variable muni d'une pale d'agitation. Une agitation de 500, 1000, 1500 et 2000 tours/min pendant 1 minute est appliquée à chacun de ces prélèvements. Après chaque agitation, une mesure de CST est effectuée. En reportant sur un graphe la valeur de CST en fonction de la puissance d'agitation, il est possible d'évaluer la résistance des floccs au cisaillement et ainsi de sélectionner le polymère le plus efficace pour la filtration. Cette résistance des floccs est un facteur important lors d'une application sur un filtre industriel. Les boues subissent de fortes contraintes lors du passage dans les pompes de transfert et d'alimentation du filtre. Il est important que les floccs formés par le polymère arrivent en bon état dans le filtre afin de faciliter leur filtration, de trop petits floccs limitent, voire colmatent, la toile de filtration.

1.1.5. Toiles de filtration

Il existe, sur le marché, une grande variété de toiles de filtration spécifiques aux applications auxquelles elles sont destinées. Les toiles sont mises aux points pour la déshydratation de boues suivant leurs origines (boues urbaines, industrielles, minérales ou organiques) mais également dans le cadre d'application pour une utilisation du filtre en tant qu'appareil de production (fabrication du sucre, fabrication de pâte céramique...). Ces toiles se différencient par la taille de leurs mailles, le mode de tressage des fibres en monofilament ou multifilament (Figure 17), la matière première de fabrication (fibres polyester, polypropylène, PVC...) ainsi que leur perméabilité à l'air.



Figure 17 Observation microscopique du tressage des toiles de filtration, à gauche une toile monofilament et à droite une toile multifilament (source www.sefar-fyltis.com)

Pour les boues organiques floculées, nous avons retenu deux références couramment utilisées sur des installations industrielles. Ces toiles sont fournies par la société Sefar-Fyltis. Les références sont la AN 25302 et AN 25141 qui sont deux toiles monofilament. Dans le cas de boues peu ou non floculées, des toiles plus fermées sont préconisées, nous avons sélectionné une toile beaucoup plus fermée que les précédentes de référence AM 02490. La comparaison des résultats de la vitesse de filtration, de la qualité du filtrat et du décollement du gâteau, met en évidence l'importance du choix des toiles sur la performance de filtration.

1.1.6. Cellule de filtration-compression

Une cellule de filtration-compression a été utilisée pour nos expérimentations, le principe de l'installation est présenté dans la Figure 18. Elle est formée d'un cylindre comportant une plaque métallique sur laquelle vient se déposer la toile de filtration. Un piston mobile inséré dans le cylindre peut être actionné par une alimentation en air comprimé. Cette alimentation se fait à l'aide d'une bouteille d'azote équipée d'un détendeur afin de fournir une pression contrôlée de 10 bars avec une précision de 0,5 bar. Lorsque le piston est en position haute, il offre un volume de cylindre de 500 ml pour introduire la suspension entre ce dernier et la toile filtrante. Un cône de récupération du filtrat est positionné sous la plaque métallique poreuse. Le filtrat est alors collecté dans un bêcher placé sur une balance reliée à un ordinateur pour l'acquisition des valeurs avec un pas de temps de 2 secondes. Le schéma de l'installation est présenté en Figure 18.

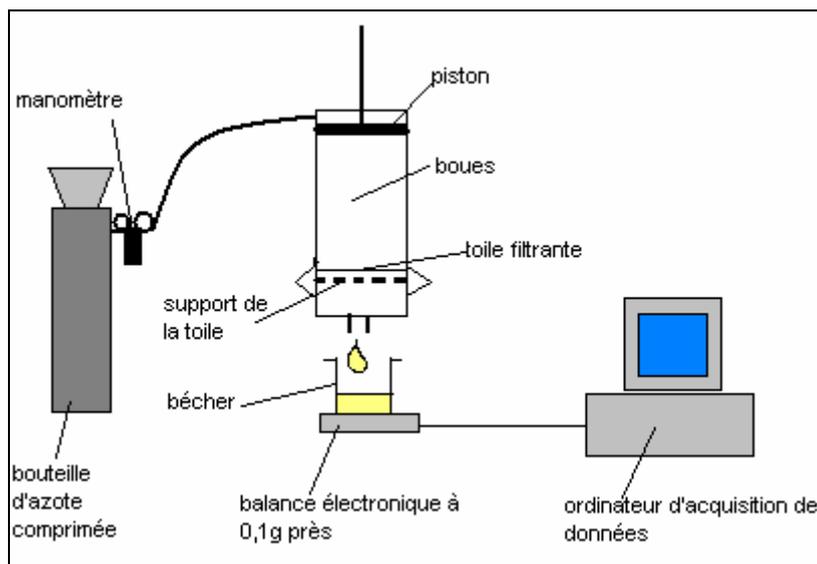


Figure 18 Schéma de l'installation de la cellule de filtration-compression couplée avec une acquisition informatique

A partir des suivis, on peut calculer des paramètres de filtration tels que la résistance spécifique à la filtration, le coefficient de compressibilité des gâteaux de filtration ainsi que la siccité limite de ces derniers. Ces paramètres facilitent la mise au point d'un processus de conditionnement optimal. La cellule est l'outil principal de la norme T 97-001 «Essais des boues - Détermination des caractéristiques en liaison avec l'aptitude à la concentration ». Elle permet l'obtention rapide de ces données. Les essais sont réalisés sur de faibles volumes d'échantillon à des pressions variables, ainsi, une grande quantité de données peut être obtenue sur un même échantillon.

1.2. Critères de mesure de la qualité de la filtration

1.2.1. Mesure du rapport d'humidité

Environ 50 à 100 g de gâteau sont prélevés après chaque filtration et pesés précisément (M1) dans une coupelle en aluminium. L'ensemble est placé à l'étuve pendant 24 heures à 105 °C. Après refroidissement dans un dessiccateur, la matière sèche obtenue est pesée (M2).

Le rapport d'humidité du gâteau est estimé à partir de la formule suivante :

$$\text{Rapport d'humidité}(\%) = \frac{M1}{M2} \times 100$$

Cette mesure correspond à l'inverse de la siccité soit $siccité(\%) = \frac{M2}{M1} \times 100$

1.2.2. Détermination du temps de filtration

La courbe obtenue à partir des données enregistrées venant de la cellule de compression-filtration, permet de différencier les différentes phases de filtration (Figure 19).

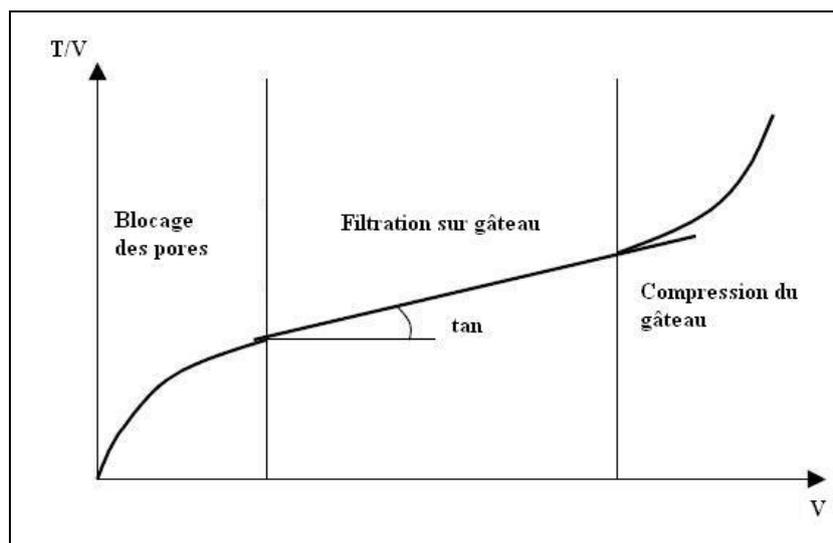


Figure 19 Représentation graphique t/V en fonction de V avec représentation des différentes phases de filtration (Boerlage et al., 2003 ; Schippers & Verdouw, 1980).

La Figure 19 montre que trois phases successives peuvent être distinguées :

- Phase de remplissage et formation des premières couches de gâteau
- La partie linéaire représente la filtration proprement dite. La durée de cette phase permet d'évaluer le temps de filtration
- La phase de colmatage avec compression du gâteau

1.2.3. Evaluation de la résistance spécifique à la filtration

A pression constante, les équations différentielles de filtration pour un gâteau compressible sont données par la relation suivante (Wakeman & Tarleron., 1999) :

$$q_0 = \frac{dV}{dt} = \frac{S^2 \Delta P}{\mu \cdot \alpha \cdot c \cdot V + S \mu R_m}$$

Ou,

$$\frac{dt}{dV} = \left(\frac{\mu\alpha c}{S^2 \Delta P} \right) V + \left(\frac{\mu R_m}{S \Delta P} \right)$$

Dans cette équation, par conversion du débit de filtrat en volume de filtrat en fonction du temps, on voit que les paramètres α , μ , S et c sont indépendants du volume de filtrat et reste donc constants. L'intégration et la réorganisation de cette équation, tout en fixant les conditions initiales avec $V=0$ et $t=0$, donne l'équation suivante pour un système de filtration à pression constante :

$$\frac{t}{V} = \frac{\alpha \cdot \mu \cdot c}{2 \cdot S^2 \cdot \Delta P} \cdot V + \frac{\mu \cdot R_m}{S \Delta P} \text{ ou encore } V = S \left(\sqrt{\left(\frac{R_m}{\alpha C} \right)^2 + \frac{2 \Delta P}{\mu \alpha C} t} - \frac{R_m}{\alpha C} \right)$$

Soit l'équation linéaire suivante,

$$\frac{t}{V} = aV + b$$

Avec :

$$\text{La pente } a = \frac{\mu \cdot c \cdot \alpha}{2 S^2 \Delta P} \text{ et l'ordonnée à l'origine } b = \frac{\mu \cdot R_m}{S \Delta P}.$$

La relation est normalement valable uniquement pour des gâteaux incompressibles et une résistance du média filtrant constante (Tiller, 1975, Akers & Ward, 1977). Cependant, les travaux de Meeten (2000) ont montré que l'équation de Ruth ne décrit pas parfaitement la filtration des gâteaux compressibles et incompressibles. De plus, d'autres travaux (Tiller, 1983, Hosten & San, 1999) montrent que la résistance du média filtrant évolue au cours de la filtration par colmatage contredisant ainsi l'équation de Ruth (1933a et b). Cette équation reste cependant la plus utilisée à l'échelle industrielle pour la caractérisation de la filtrabilité des suspensions et le dimensionnement des installations de filtration.

Dans le cas d'une application de filtration à pression constante en utilisant un cellule de compression, il est possible de déterminer α (Kang et al., 2003; Lee et al., 2001; Ho & Sirkar, 1992). Ainsi, à partir des résultats expérimentaux et du traçage des courbes t/V en

fonction de V , la pente permet d'accéder à α et l'ordonnée à l'origine à R_m . Ce modèle sera retenu pour analyser nos résultats (Boerlage et al., 2003, 1998; Nakanishi et al., 1987).

1.2.4. Evaluation de la qualité du décollement du gâteau sur la toile

Le décollement est évalué selon deux critères :

- le détachement gravitaire du gâteau. Le gâteau doit se détacher naturellement de la toile sous l'effet de son propre poids.
- la propreté de la toile après décollement. Le gâteau doit se détacher en un seul bloc sans laisser de particules sur la toile permettant ainsi de réutiliser la toile pendant plusieurs cycles de filtration sans nettoyage.

1.3. Méthodes statistiques

1.3.1. Analyse du procédé à l'aide de plans d'expériences

1.3.1.1. Définition des conditions du plan expérimental

L'utilisation de plans d'expériences pour l'analyse d'un phénomène présente de nombreux avantages :

- Diminution du nombre d'essais
- Possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs
- Détections des interactions entre facteurs
- Modélisation des réponses étudiées
- Une précision optimale des résultats

La méthode des plans d'expériences permet une interprétation rapide et fiable en fournissant un modèle expérimental précis du système étudié. Les logiciels NemrodW et Minitab ont permis la construction des plans et l'exploitation des résultats.

1.3.1.2. Définition du contexte expérimental et des objectifs de l'étude

Le but est d'étudier l'influence des paramètres maîtrisables lors d'une filtration sous pression constante. Les boues graisseuses sont difficilement traitables par un conditionnement

classique en vue d'une déshydratation. La poudre de bois apporte bien souvent une réponse à ces difficultés mais le manque de données expérimentales contraints les utilisateurs à appliquer un conditionnement empirique sans optimisation du procédé. De plus, les mécanismes d'actions de ces produits sur la boue sont encore mal connus. Afin de mettre en évidence les meilleurs produits pour un type d'application, nous avons donc choisi une approche statistique.

1.3.1.3. Détermination des réponses caractérisant l'objectif

Les critères de réponses retenus sont issus d'une compilation des approches techniques et scientifiques. La validation d'un procédé de traitement de déshydratation des boues doit répondre à certaines exigences pour que l'exploitation à l'échelle industrielle soit possible. Selon les exigences des exploitants de filtre presse, celles de la société Faure Equipements ainsi que les critères de validités répertoriés dans la bibliographie, plusieurs réponses ont été sélectionnées.

1.3.1.4. Détermination des facteurs et des modalités

Afin de déterminer de façon rigoureuse les facteurs et ensuite leurs modalités influentes, la démarche d'étude s'est déroulée en deux étapes. Une première liste des paramètres et de leurs modalités pouvant avoir un rôle dans le procédé a été établie. La liste a été ensuite adressée aux différents intervenants dans le projet pour qu'ils attribuent à chaque paramètre trois notes allant de 1 à 10 portant sur 1) l'efficacité supposée, 2) la faisabilité à court terme et 3) le besoin d'informations.

L'efficacité supposée doit faire apparaître le niveau d'importance du paramètre sur les performances de déshydratation. La note de faisabilité traduit la difficulté à faire varier un paramètre, que ce soit pour des causes matérielles ou financières. Enfin, le besoin d'informations doit faire apparaître l'intérêt d'une nouvelle étude. Les trois notes collectées ont permis d'établir un produit de ces valeurs et ainsi classer les paramètres par ordre de priorité.

1.3.1.5. Définition du domaine expérimental

Il se définit comme le nombre total d'expériences qu'il est possible de réaliser à partir des facteurs retenus. Dans le cas de facteurs ayant deux modalités bien distinctes, l'équation de calcul du domaine expérimental prend la forme :

$N_{total} = 2^x$ combinaisons avec x le nombre de facteurs

1.3.1.6. Objectif et méthode de construction des plans d'expériences utilisés

Afin d'atteindre les objectifs d'un plan il est nécessaire de modéliser le phénomène. Le modèle empirique comprend le modèle additif sans couplage pour l'étude de classement et comparaison des effets moyens des facteurs, qui traduisent les changements moyens de la valeur d'une réponse par passage d'un niveau à l'autre du facteur considéré, en incluant toutes les combinaisons possibles des autres facteurs. Il s'écrit sous la forme :

$$Y = C^{te} + \sum_{i=1}^k W_i \quad (2.1)$$

W_i représente le poids de chacun des facteurs compris dans le plan. A cette écriture du modèle additif sans couplage, on associe une formule permettant de déterminer le nombre p d'inconnues :

$$p = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1) \quad (2.2)$$

k est le nombre de facteurs et $m_i=2$ lorsque le facteur possède deux modalités.

Dans cette approche mathématique du problème, la limitation du nombre d'expériences à réaliser dans le plan conduit à une réflexion sur les interactions possibles. On parle ici de couplage, cette prise en compte permet d'apporter des renseignements sur les signes et amplitude des effets moyens des facteurs. La forme générale du modèle additif avec couplage s'écrit donc :

$$Y = C^{te} + \sum_{i=1}^k W_i + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^{k-1} C_{ij} \quad (2.3)$$

Dans ce cas, le nombre de couplages qu'il est possible de définir s'écrit :

$$N_{couplages} = C_2^k = \frac{k!}{2!(k-2)!} = \frac{k(k-1)}{2} \quad (2.4)$$

Et le nombre d'inconnues associé au modèle prend alors la forme :

$$p = 1 + \sum_{i=1}^k (m_i - 1) + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k (m_i - 1)(m_j - 1) \quad (2.5)$$

Cette équation montre clairement que le nombre d'inconnues est nettement supérieur avec couplage que sans, il faut donc faire des choix. Une fois le nombre d'inconnues déterminé, il faut tirer l'information afin de mettre en évidence un certain nombre d'expériences distinctes supérieur au nombre d'inconnues et inférieur au domaine expérimental total :

$$p \leq N \leq N_{total} \quad (2.6)$$

N doit permettre de couvrir l'ensemble du domaine expérimental, sa répartition doit être homogène afin de limiter les incertitudes. Il existe différentes méthodes de construction de plan, comme la méthode de permutation circulaire associé au plan de Plackett et Burman ou celui de Rechtshchaffner. Dans notre cas, dans un premier temps nous réaliserons une étude basée sur la construction d'un plan de Plackett et Burman (1946) à partir d'un modèle additif sans couplage. Cette série d'expérience devrait nous permettre de fixer un certain nombre de facteurs, à la suite de quoi nous appliquerons un autre plan dit de Rechtschaffner basé sur le modèle additif avec couplage.

1.3.2. Recherche stratégique d'optimisation

1.3.2.1. Optimisation du temps de contact entre la sciure et la boues avant filtration

Le temps de contact est une variable quantitative qu'il est possible d'affiner au travers d'une série de mesures. Plusieurs essais sont réalisés, sur cellule de compression, à partir des paramètres déduits des plans d'expériences. Le temps de contact est fixé aux valeurs 10, 20, 30, 40, 50 et 60 minutes. Les essais sont menés à quatre pressions différentes (0,5, 1, 1,5 et 2 bars). La résistance spécifique du gâteau, le rapport d'humidité, et le temps de filtration sont mesurés à l'issue de ces essais. Les conclusions apportées, seront utilisées pour la suite des essais d'optimisation.

Tableau 7. Paramètres et modalités appliqués aux essais pour l'étude du temps de contact de la poudre de bois avec la boue avant filtration

Paramètres	Modalité
Temps de contact	10, 20, 30, 40, 50 et 60 minutes
Essence de bois	Bois dur
Type de toile	Toile ouverte
Quantité	50 % en masse
Adjonction	Sèche
Température	ambiante
Ordre d'introduction	poudre de bois puis polymère
Granulométrie	200-500 μm
Floculant	P3

Six séries de quatre essais sont ainsi menées afin d'apprécier le temps de contact le plus adéquate.

1.3.2.2. Optimisation de la fraction granulométrique de la poudre de bois

A partir des fractions granulométriques obtenues par tamisage de la sciure de bois dure et tendre, des essais sont réalisés sur des boues d'origines diverses (boues standard, salaison et STEP). Afin de comparer les effets des poudres de bois, les boues sont filtrées sur cellule de compression à quatre pressions (0,5, 1, 1,5 et 2 bars). Les autres paramètres de conditionnement sont fixés pour chaque essai. Les bois durs et tendres sont étudiés en parallèle sur les différentes boues. Ces essais sont évalués à travers la résistance spécifique du gâteau, le rapport d'humidité, et le temps de filtration.

Tableau 8. Paramètres et modalités appliqués aux essais pour l'étude de la spécificité de la poudre de bois

Paramètres	Modalité
Temps de contact	20 minutes
Essence de bois	Bois dur et tendre
Type de toile	Toile ouverte
Quantité	50 % en masse
Adjonction	sèche
Température	ambiante
Ordre d'introduction	poudre de bois puis polymère
Granulométrie	<100, <200, <315, <500, 315-500 et 200-500 μm
Floculant	P3

Douze séries de quatre essais sont ainsi réalisées sur chaque boue. La comparaison des résultats doit permettre le choix d'une poudre de bois d'essence et granulométrie optimales.

1.3.2.3. Optimisation de la quantité d'adjuvant lignocellulosique ajoutée

Suite aux conclusions précédemment obtenues, la quantité d'adjuvant lignocellulosique à introduire est étudiée. La même démarche d'expérimentation que précédemment est adoptée sur cellule de compression. Les essais sont menés sur différentes boues, les conditions de départ, autre que le taux d'adjonction, sont fixées. La quantité introduite varie de 10% à 50% en masse par rapport à la matière sèche contenue dans l'effluent.

Tableau 9. Paramètres et modalités appliqués aux essais pour l'étude du taux d'adjonction de la poudre de bois

Paramètres	Modalité
Temps de contact	20 minutes
Essence de bois	Bois dur
Type de toile	Toile ouverte
Quantité	20, 30, 40 et 50 % en masse
Adjonction	sèche
Température	ambiante
Ordre d'introduction	poudre de bois puis polymère
Granulométrie	200-500 μm
Floculant	P3

2. Résultats et discussions

2.1. Etude de l'effet des flocculants

2.1.1. Influence du dosage des flocculants

Afin de déterminer le flocculant le mieux adapté dans nos expériences, nous avons réalisé une étude préalable à l'aide de la cellule de CST. Au départ, une trop faible dose de flocculant limite la floculation de la suspension et donc le drainage du filtrat au travers du papier filtre, d'où une valeur de CST importante. En revanche, une trop forte dose confère à la suspension une plus forte viscosité du fait de l'excès du flocculant en solution et l'écoulement du filtrat au travers du papier filtre s'en trouve réduit. Les résultats obtenus sur la boue standard avec les 5 flocculants sont présentés sur la Figure 20.

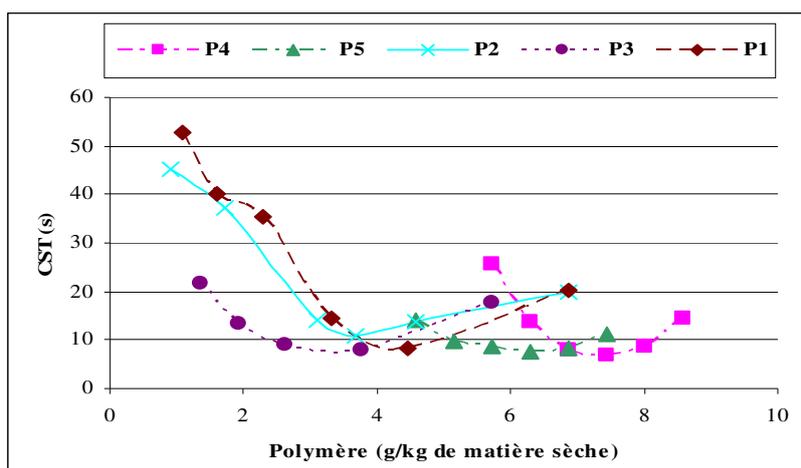


Figure 20 Mesure CST en fonction de la dose de différents flocculants cationiques ajoutée

La valeur minimale indique la dose de polymère nécessaire à une déshydratation optimale. Nous constatons immédiatement que la dose est très variable d'un flocculant à l'autre allant de 3 à 7 g/kg de MS. Les trois flocculants P1, P2 et P3, ont une action optimale pour une dose proche de 4 g/kg alors que les deux autres sont au dessus de 6 g/kg. Les P2 et P3, présentent les meilleurs rendements. Ces résultats orientent notre choix sur un polymère cationique à haut poids moléculaire avec une densité de charge faible ou très forte.

2.1.2. Résistance des floccs au cisaillement

Les cinq flocculants testés ont permis de tracer les courbes présentées sur la Figure 21.

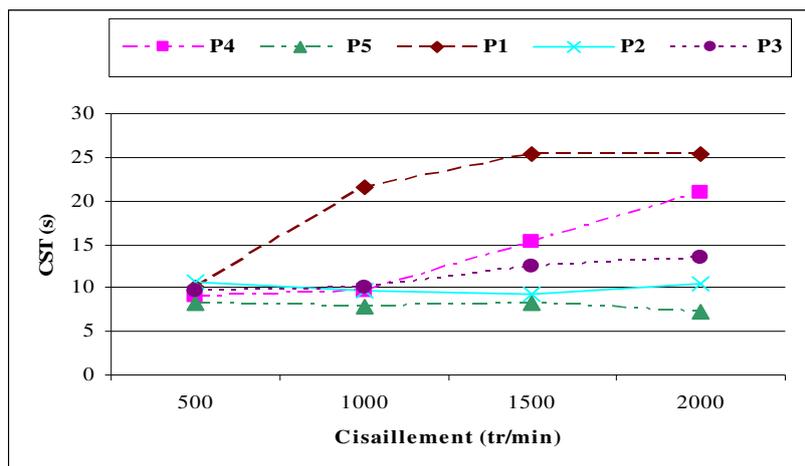


Figure 21 Evolution de l'indice de CST de l'effluent standard floculée par cisaillement

Les résultats montrent que trois flocculants présentent une bonne résistance au cisaillement, soit les flocculants P1, P3 et P5. En tenant compte des conclusions précédentes, l'analyse globale permet d'orienter notre choix sur un flocculant cationique de haut poids moléculaire et faible charge pour ce type d'effluent. Le flocculant P2 et P3 seront donc utilisés pour la suite de l'étude avec un taux de 4 g/kg de MS.

2.2. Mise en place des plans d'expériences

2.2.1. Choix des réponses

Lors de processus de déshydratation mécanique, quel que soit la technologie retenue (filtre-presse, centrifugeuse, filtre à bande presseuse...), les critères de validation du procédé retenus sont :

- La siccité qui doit être maximale en vue d'un retraitement le plus économique possible pour l'industriel. On parlera aussi de rapport d'humidité soit la masse humide sur la masse sèche, dans ce cas la meilleure valeur est la plus basse.
- La résistance spécifique à la filtration qui doit être la plus faible possible. Pour les filtres discontinus, une baisse de la valeur, permettra de réduire les temps de cycles et d'augmenter la siccité finale du produit. Pour les filtres continus, les valeurs faibles limiteront l'encrassement des médias filtrants et augmenteront les performances de déshydratation.

- Le décollement du gâteau qui doit être parfait, le gâteau doit se détacher par gravité sans laisser de particules collées. Un gâteau qui ne se décolle pas correctement, nécessite des nettoyages réguliers des toiles et engendre une maintenance du matériel beaucoup trop contraignante.

2.2.2. Facteurs et modalités

Les informations apportées par la bibliographie ainsi que les remarques des participants du projet, ont permis de relever 9 facteurs essentiels intervenants dans le procédé de déshydratation. Ces facteurs sont présentés dans le tableau 5.

Tableau 10. Description de l'ensemble des paramètres de filtration retenue pour l'étude

Paramètres	Descriptif des facteurs
Temps de contact	Variation du temps de mise en contact entre la suspension et la poudre de bois avant floculation puis filtration
Essence de bois	Bois dur ou bois tendre
Type de toile	Maille fermée ou ouverte
Taux d'adjonction	Variation de la quantité de poudre de bois ajoutée en fonction de la matière sèche présente dans la suspension
Forme d'adjonction	La poudre de bois peut être introduite sous forme sèche ou pré-humidifiée
Température	La suspension peut être à différentes températures avant de passer dans le filtre
Ordre d'introduction	Introduction du polymère puis de la poudre de bois ou inversement
Granulométrie	La fraction de poudre de bois utilisée couvre une large gamme allant de quelques μm à plusieurs centaines de μm
Floculant	Nous avons retenu deux floculants ayant une efficacité de floculation et de résistance au cisaillement proche

Les trois notes récoltées à partir des réponses au questionnaire, ont permis d'établir un produit de ces valeurs et ainsi classer les paramètres par ordre de priorité. Les résultats sont présentés sur la Figure 22.

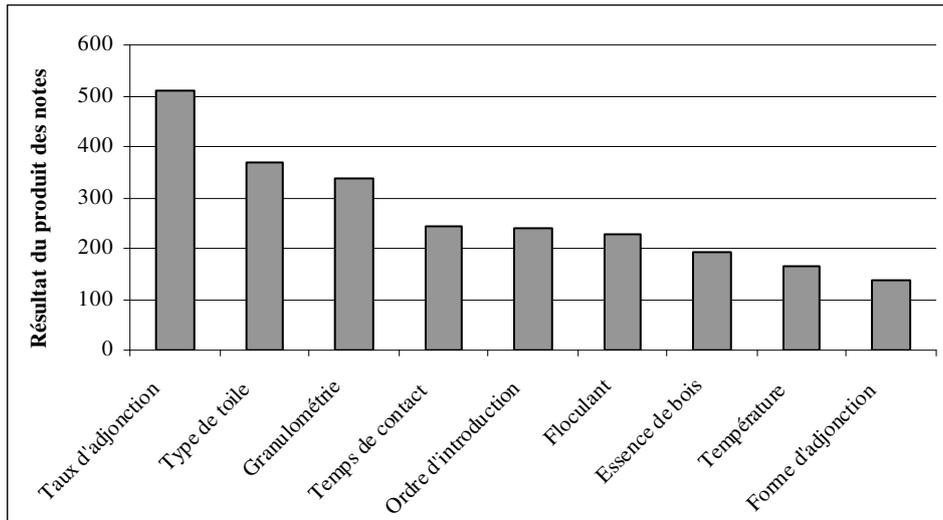


Figure 22 Classification des paramètres de filtration établie d'après le produit obtenu par les réponses aux questionnaires

Pour chaque facteur, il nous a fallu déterminer deux modalités bien distinctes afin d'apprécier leur importance par l'expérimentation. Ces modalités sont reprises dans le Tableau 11.

Tableau 11. Définition des modalités pour chaque paramètre retenu

Paramètres	Modalité 1 (+1)	Modalité 2 (-1)
Temps de contact	60 minutes	15 minutes
Essence de bois	Bois tendre (tendre)	Bois dur (dur)
Type de toile	Toile fermée (fermée)	Toile ouverte (ouverte)
Taux d'adjonction	50 %	10 %
Forme d'adjonction	Humide	Sec
Température	40 °C	20 °C
Ordre d'introduction	Polymère + sciure (P+S)	Sciure + Polymère (S+P)
Granulométrie	500-1000 µm (Gros)	200-500 µm (Fin)
Flocculant	P3	P2

Il est alors possible de déterminer le domaine expérimental de notre étude. Les neuf facteurs analysés possèdent deux modalités dans la construction du plan d'expérience. Le domaine expérimental s'étend donc aux neuf facteurs sélectionnés avec deux modalités chacun soit :

$$N_{total} = 2^9 = 512 \text{ combinaisons}$$

2.3. Etude du plan de Plackett et Burman

2.3.1. Définition du plan d'expérimentation

A partir de la formule (2.3), le calcul du nombre d'inconnues donne :

$$p = 1 + 9 = 10$$

Dans notre cas, pour répondre à la règle de l'équation (2.6) nous prendrons un nombre N supérieur à p=10 soit N=12. Le logiciel spécialisé dans la construction de ce type de plan nous a permis d'obtenir la série d'expériences du Tableau 12 :

Tableau 12. *Plan d'expérimentation basé sur le modèle de Plackett et Burman.*

Facteurs	Quantité	Toile	Granulométrie	Contact	Ordre	Polymère	Essence	Température	Adjonction
1	50%	Fermée	Gros	15 min	P+S	P3	Tendre	40°C	Sec
2	50%	Ouverte	Fin	60 min	P+S	P3	Dur	40°C	Sec
3	10%	Ouverte	Gros	15 min	S+P	P3	Dur	20°C	Sec
4	50%	Fermée	Gros	60 min	P+S	P2	Dur	20°C	Humide
5	50%	Ouverte	Fin	60 min	S+P	P3	Tendre	20°C	Humide
6	50%	Ouverte	Gros	15 min	S+P	P2	Dur	40°C	Humide
7	10%	Ouverte	Gros	60 min	P+S	P2	Tendre	20°C	Sec
8	10%	Fermée	Gros	60 min	S+P	P3	Tendre	40°C	Humide
9	10%	Fermée	Fin	60 min	S+P	P2	Dur	40°C	Sec
10	50%	Fermée	Fin	15 min	S+P	P2	Tendre	20°C	Sec
11	10%	Ouverte	Fin	15 min	P+S	P2	Tendre	40°C	Humide
12	10%	Fermée	Fin	15 min	P+S	P3	Dur	20°C	Humide

La réalisation des essais de ce plan d'expériences a mis en évidence l'influence négative de deux paramètres sur les réponses étudiées, rendant l'exploitation des résultats délicate. La température à tendance à liquéfier la graisse au-delà de 35°C qui passe à travers la toile offrant en revanche une bonne filtration et un bon rapport d'humidité. Il est donc important de travailler avec une boue ayant une température inférieure à cette limite. De plus, la mise en œuvre du chauffage des boues est impossible à mettre en place au niveau industriel. Pour se placer dans des conditions industriellement applicables, nous prendrons la température ambiante comme référence.

De même, l'ordre d'introduction est très important, le flocculant agit en création des liaisons entre la matière solide de la boue et la poudre de bois. Cette dernière reste libre si elle est introduite après le flocculant, les floccs sont alors moins résistants au cisaillement ce qui modifie les performances de déshydratation. De plus, il y a création de deux phases, la boue flocculée qui flotte et la sciure qui décante et lors de la filtration, la sciure crée une pré-couche de filtration qui limite le décollement du gâteau. Il est donc nécessaire d'introduire la poudre avant le flocculant.

Un deuxième plan d'expériences sur le même schéma est alors mis en place en fixant les modalités défavorables précédemment citées soit une température de 20°C et une introduction de la poudre avant le flocculant. La construction du plan est présentée dans le Tableau 13.

Tableau 13. Deuxième plan d'expérience de Plackett et Burman

	Taux d'adjonction	Toile de filtration	Granulométrie	Temps de contact	Flocculant	Essence de bois	Forme d'adjonction
1	50%	fermée	gros	15 min	P3	dur	sec
2	10%	fermée	gros	60 min	P2	tendre	sec
3	10%	ouverte	gros	60 min	P3	dur	humide
4	50%	ouverte	fin	60 min	P3	tendre	sec
5	10%	fermée	fin	15 min	P3	tendre	humide
6	50%	ouverte	gros	15 min	P2	tendre	humide
7	50%	fermée	fin	60 min	P2	dur	humide
8	10%	ouverte	fin	15 min	P2	dur	sec

2.3.2. Analyse globale des résultats

L'analyse du Tableau 14 des résultats fait apparaître que deux expériences présentent des valeurs de réponses plus favorables, les essais 4 et 7. Ces essais présentent des valeurs de rapport d'humidité faible et des résistances spécifiques moyennes.

Tableau 14. Résultats du plan d'expérience pour les réponses de résistance spécifique et de rapport d'humidité.

	Résistance spécifique	Rapport d'humidité
1	$8,1.10^{+09}$	1,7
2	$1,8.10^{+10}$	2,1
3	$4,0.10^{+10}$	2,0
4	$1,2.10^{+10}$	1,5
5	$1,7.10^{+10}$	1,9
6	$6,9.10^{+09}$	1,8
7	$2,3.10^{+10}$	1,4
8	$1,5.10^{+10}$	1,8

La comparaison entre les modalités des facteurs associés à ces deux expériences montre certaines similitudes comme le taux d'adjonction de 50 %, la granulométrie de la poudre de bois fine et un temps de contact de 60 minutes. L'analyse graphique des essais, présentés en Figure 23 et Figure 24, est alors nécessaire afin d'apporter d'autres éléments d'informations.

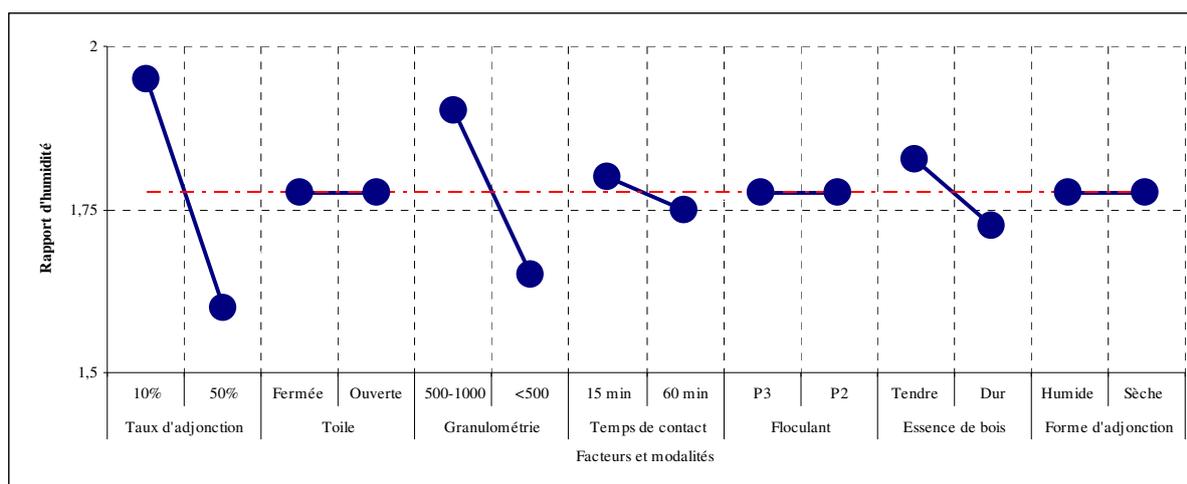


Figure 23 Représentation graphique des effets moyens des facteurs en fonction de la réponse « rapport d'humidité ».

La Figure 23 confirme l'intérêt d'appliquer un taux d'adjonction de 50 % ainsi qu'une granulométrie de poudre fine. On constate également qu'une poudre de bois dur et un temps de contact de 60 minutes sont légèrement plus favorables sur la réponse. Les autres facteurs ne modifient pas de manière significative la réponse.

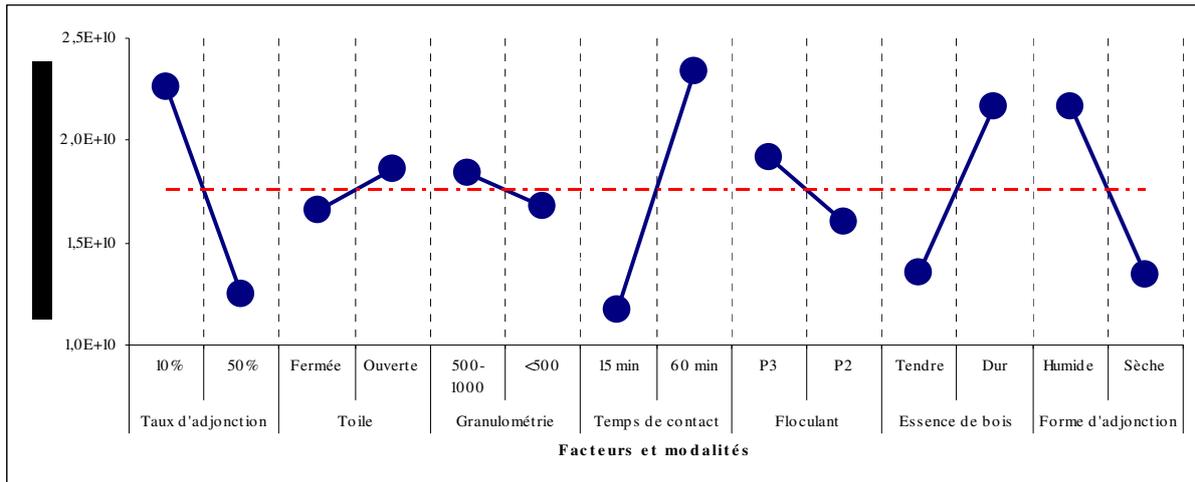


Figure 24 Représentation graphique des effets moyens des facteurs en fonction de la réponse « résistance spécifique »

L'effet important apporté par le taux de poudre de bois introduit est toujours présent, beaucoup plus favorable pour un taux de 50 %. Une poudre de bois sèche paraît préférable, en revanche il apparaît une contradiction pour certains facteurs. Les effets moyens associés à la résistance spécifique soulignent l'intérêt d'utiliser une poudre de bois tendre avec un temps de contact de 15 minutes alors que pour le rapport d'humidité, les modalités inverses semblent préférables. Cette tendance laisse penser qu'il existe un phénomène d'interaction entre ces facteurs. Les interactions sont courantes entre les facteurs influençant les réponses lors d'une expérience.

Quelques soient les modalités appliquées pour les facteurs toile et flocculant, les réponses n'ont pas d'effets. Ces facteurs seront donc fixés pour la suite de notre étude, avec une toile ouverte (plus répandu pour ce type d'application) et le flocculant P3.

Une optimisation est donc nécessaire sur quatre facteurs : la granulométrie, le temps de contact, l'essence de bois ainsi que la forme d'adjonction. Ces facteurs seront étudiés dans un autre plan d'expériences intégrant les interactions possibles entre les modalités des facteurs.

2.4. Etude du plan de Rechtschaffner

2.4.1. Mise en place et objectif du plan d'expérimentation

Pour analyser ces quatre paramètres nous avons fait appel à la construction d'un autre plan d'expériences à partir d'un modèle additif avec couplage.

Le domaine expérimental est donc beaucoup plus restreint :

$$N = 2^4 = 16 \quad \text{Et, } N_{\text{couplages}} = \frac{4(4-1)}{2} = 6$$

Soit, $p = 1 + 4 + 6 = 11$

La construction d'un plan de Rechtschaffner se limitera alors à 11 expériences contre 16 au départ. Dans ce type de modèle, la construction est semblable à celle de Plackett et Burman, on procède par permutation circulaire au sein de trois groupes. En appliquant ce modèle de construction aux quatre facteurs isolés précédemment, nous avons obtenu la matrice d'expériences présentée dans le Tableau 15 :

Tableau 15. *Plan d'expérimentation basé sur le modèle de Rechtschaffner*

Facteurs	Granulométrie	Temps de contact	Essence de bois	Forme d'adjonction
X	b1	b2	b3	b4
1	Fin	15 min	Dur	Sec
2	Fin	60 min	Tendre	Humide
3	Gros	15 min	Tendre	Humide
4	Gros	60 min	Dur	Humide
5	Gros	60 min	Tendre	Sec
6	Gros	60 min	Dur	Sec
7	Gros	15 min	Tendre	Sec
8	Gros	15 min	Dur	Humide
9	Fin	60 min	Tendre	Sec
10	Fin	60 min	Dur	Humide
11	Fin	15 min	Tendre	Humide

2.4.2. Analyse globale des résultats d'essais

L'analyse des résultats est réalisée en deux étapes, le décollement du gâteau et la qualité du filtrat sont considérés comme des réponses qualitatives. Le décollement du gâteau

prend trois modalités, « BON », « MOYEN » et « MAUVAIS ». Les réponses « Rapport d'humidité » et « Résistance spécifique » sont laissées sous forme quantitative pour une analyse mathématique du modèle. La première approche commence toujours par l'analyse globale du tableau de résultats (Tableau 16).

Tableau 16. Résultats du plan d'expérimentation basé sur le modèle de Rechtschaffner

Réponses	Rapport d'humidité	Décollement du gâteau	Résistance gâteau
1	2,05	Moyen	1,11E+10
2	2,23	Mauvais	2,43E+09
3	2,38	Mauvais	6,04E+09
4	2,68	Moyen	1,43E+10
5	2,40	Moyen	1,11E+10
6	2,12	Mauvais	7,99E+09
7	2,19	Mauvais	3,80E+09
8	3,11	Mauvais	2,18E+10
9	2,17	Bon	5,78E+09
10	1,95	Bon	4,17E+09
11	2,02	Bon	5,20E+10

Ces résultats font apparaître que trois essais répondent favorablement au facteur « décollement du gâteau ». Il s'agit des essais 9, 10 et 11, réalisée avec une poudre de bois fine. En revanche, les essais 2, 3, 6, 7 et 8 présentent des résultats non favorables pour le décollement. Leur analyse globale montre que la modalité granulométrie « grosse » se retrouve dans ces quatre expériences.

Le décollement du gâteau est illustré dans la photo suivante :



Figure 25 Observation visuelle de la qualité de décollement du gâteau sur la toile après la filtration.

L'observation des toiles de filtration fait apparaître une différence dans la qualité du décollement. Les essais 2, 3, 6, 7 et 8 ont permis d'obtenir un gâteau friable qui a des difficultés à se décoller en laissant des particules de gâteau sur la toile. Inversement, le décollement des gâteaux des essais 9, 10, 11 est largement satisfaisant.

Le rapport d'humidité est maximal pour l'essai 10 et la résistance spécifique à la filtration fait partie des meilleurs résultats. Une analyse graphique du modèle permettra de confirmer ces constatations.

2.4.3. Analyse graphique du modèle

2.4.3.1. Généralités

La synthèse est réalisée à partir des résultats de l'analyse mathématique des résultats pour « le rapport d'humidité » et « la résistance du gâteau ». En appliquant l'équation du modèle additif avec couplage, on obtient la relation suivante :

$$Y = C^{te} + W_{b1} + W_{b2} + W_{b3} + W_{b4} + C_{b1b2} + C_{b1b3} + C_{b1b4} + C_{b2b3} + C_{b2b4} + C_{b3b4}$$

A partir de la matrice d'expériences réalisée pour notre étude et des produits de ses colonnes deux à deux, il est possible de définir la matrice du modèle, puis de procéder à l'inversion de la matrice du modèle à l'aide de fonction incluse dans la plupart des logiciels tableurs. Cette transformation permet d'estimer les coefficients du modèle et d'en faire une représentation graphique.

2.4.3.2. Réponses des facteurs sur le rapport d'humidité

La Figure 26 est obtenue à partir de l'exploitation du modèle mathématique et permet de visualiser l'effet moyen de chaque facteur séparément.

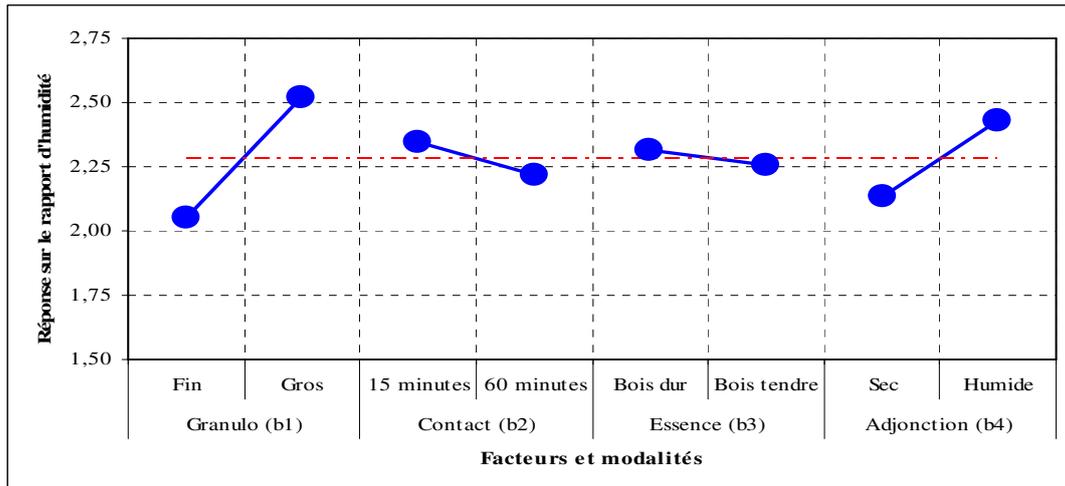


Figure 26 Tracé des effets moyens des facteurs pour la réponse « Rapport d'humidité ».

Seules la « granulométrie » et « l'adjonction » présentent une variation significative. L'analyse montre que pour minimiser le rapport d'humidité, une granulométrie fine et une adjonction sèche sont préférables. Les facteurs « Contact » et « Essence » n'ayant pas d'effet significatif quelques soient leurs modalités.

La Figure 27 représente les effets moyens des facteurs pour les monômes de premier et deuxième degré, associés à la réponse « rapport d'humidité ».

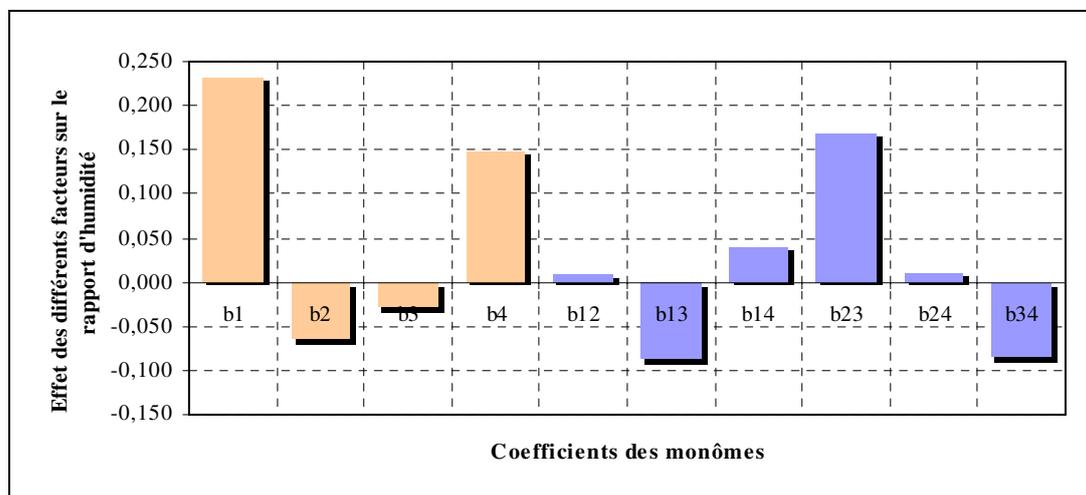


Figure 27 Diagramme des estimations des coefficients.

L'axe horizontal représente les termes du modèle polynomial avec les monômes de degré 1 et 2, qui sont respectivement représentatifs des effets moyens et de la nature du couplage. L'axe vertical précise la valeur des coefficients. Les effets moyens des facteurs b1 (granulométrie) et b4 (Forme d'adjonction) sont importants en comparaison avec ceux des monômes b2 (Temps de contact) et b3 (Essence de bois). L'analyse des coefficients

représentants un couplage montre que trois couplages ont une valeur importante, il s'agit de b13, b23 et b34. Pour vérifier si ces couplages sont réellement soumis à une interaction, les valeurs absolues de ces coefficients de couplage sont comparées avec la valeur absolue des coefficients des effets moyens des facteurs qui leur sont associés. Cette analyse montre que la seule interaction significative est entre le temps de contact et l'essence de bois (monôme b23), les valeurs absolues des monômes b2 et b3 étant inférieures à celle du monôme b23. La Figure 28 représente cette interaction.

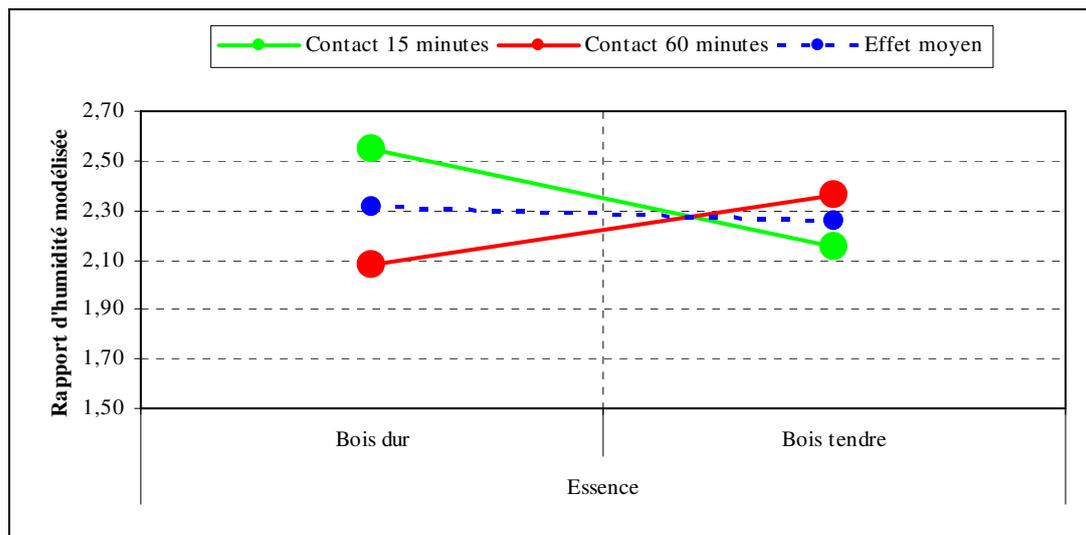


Figure 28 Représentation du couplage entre les effets des facteurs Essence et Contact pour la réponse « Rapport d'humidité ».

Dans cette représentation, on constate que les droites des effets réels (traits pleins) sont sécantes ce qui témoigne d'un fort couplage. En revanche l'effet moyen varie peu suivant la modalité retenue. En conclusion, l'utilisation d'une essence de bois dur est préférable avec un temps de contact de 60 minutes. Alors que pour l'utilisation de bois tendre, un temps de contact de 15 minutes aura une meilleure influence sur le rapport d'humidité de gâteau. Il y a donc un phénomène de cinétique de réaction suivant l'origine variétale de la poudre de bois, les fibres de bois tendre sont plus réactives à l'hydratation par rapport au bois dur. La dernière remarque permet de mettre en évidence que la combinaison la plus favorable correspond à une essence de bois dur avec un temps de contact de 60 minutes.

2.4.3.3. Réponses des facteurs sur la résistance spécifique

Une représentation graphique des effets moyens est présentée en Figure 29, l'analyse permet de visualiser l'influence de chaque facteur sur la réponse.

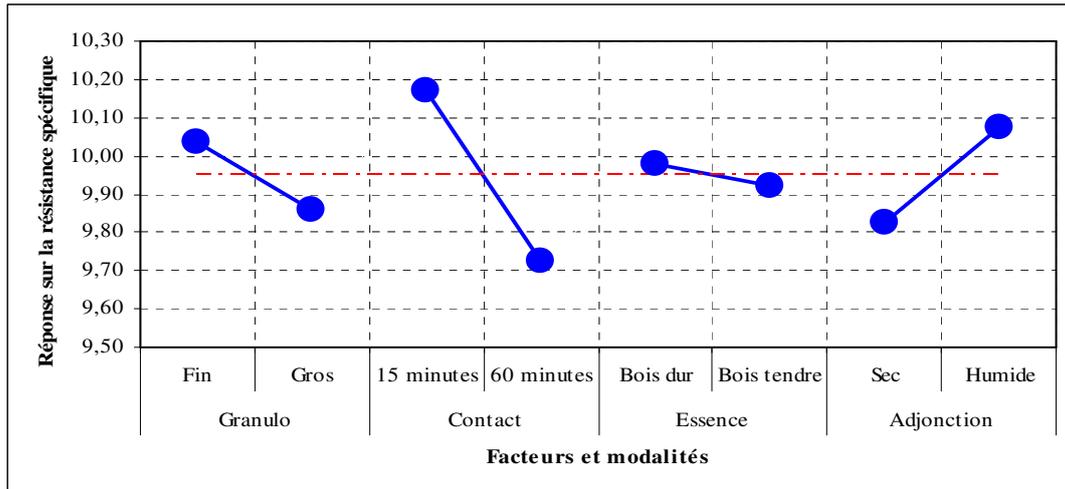


Figure 29 Tracé des effets moyens des facteurs pour la réponse « Résistance spécifique »

La Figure 29 montre que la « granulométrie », le « temps de contact » et « la forme d'adjonction » influence largement la résistance spécifique. Cette réponse révèle que pour minimiser la résistance spécifique à la filtration, une granulométrie fine, un temps de contact de 60 minutes et une adjonction sec sont préférables.

L'analyse des interactions des facteurs « Contact » et « Essence » peut être réalisée par comparaison avec les résultats de résistance spécifique. La Figure 30 résulte de la modélisation des effets moyens des facteurs pour cette réponse.

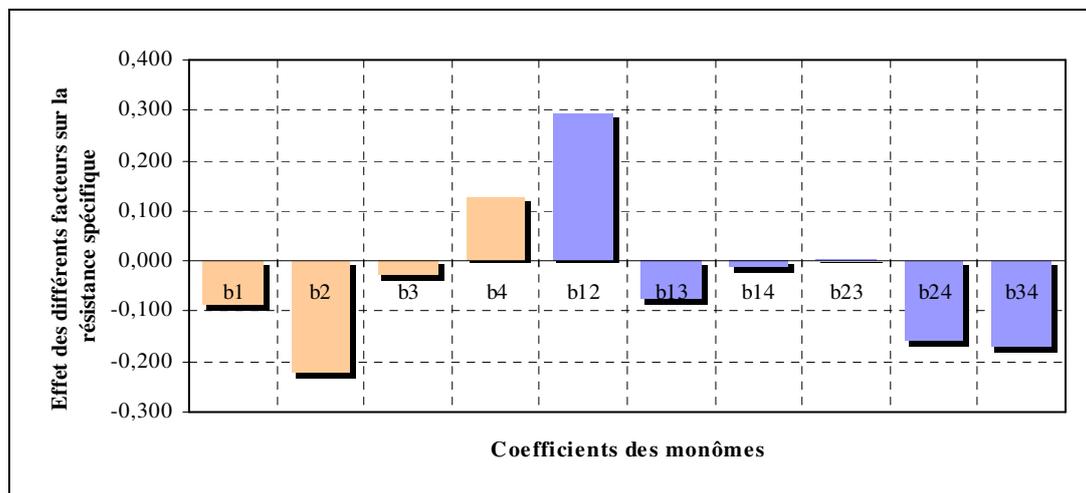


Figure 30 Diagramme des estimations des coefficients pour la réponse « Résistance spécifique ».

L'analyse des effets moyens des facteurs fait apparaître que les valeurs des coefficients b2 et b4 sont fortes. Les couplages b13, b24 et b34 présentent des valeurs

importantes. L'analyse des monômes montre une interaction significative dans les couplages b12 et b34, les figures 14 et 15 montrent respectivement ces interactions.

Afin de réaliser la représentation graphique du modèle, la réponse de la résistance spécifique a subi une transformation logarithmique, la variation de la réponse pouvant atteindre un facteur 10 (de $2,43E+09$ à $5,20E+10$). L'échelle du graphique est beaucoup trop étendue pour voir les effets, sans cette transformation, les effets des facteurs sont difficiles à apprécier.

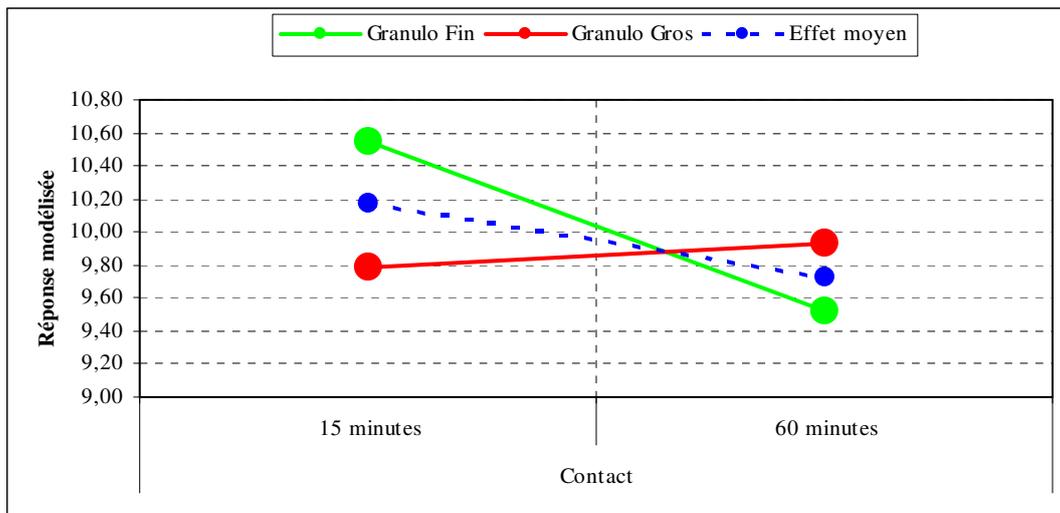


Figure 31 Représentation du couplage entre les effets des facteurs granulométrie et Contact pour la réponse « Résistance spécifique » (b1.2).

La Figure 31 montre que les droites des effets réels (traits pleins) sont sécantes ce qui témoigne d'un fort couplage. L'effet moyen, représenté en pointillé, varie suivant la modalité retenue. Cette interaction se caractérise par le fait que pour une granulométrie fine, un temps de contact de 60 minutes est préférable afin de diminuer la résistance spécifique. A l'inverse, pour une granulométrie plus grossière, un temps de contact de 15 minutes est suffisant. La cinétique de réaction de particule grossière est plus importante du fait de la surface de contact inférieure aux poudres de bois fine. La conclusion sur le tracé de l'effet moyen, montre que la résistance spécifique la plus faible est obtenue pour une granulométrie fine et un temps de contact de 60 minutes.

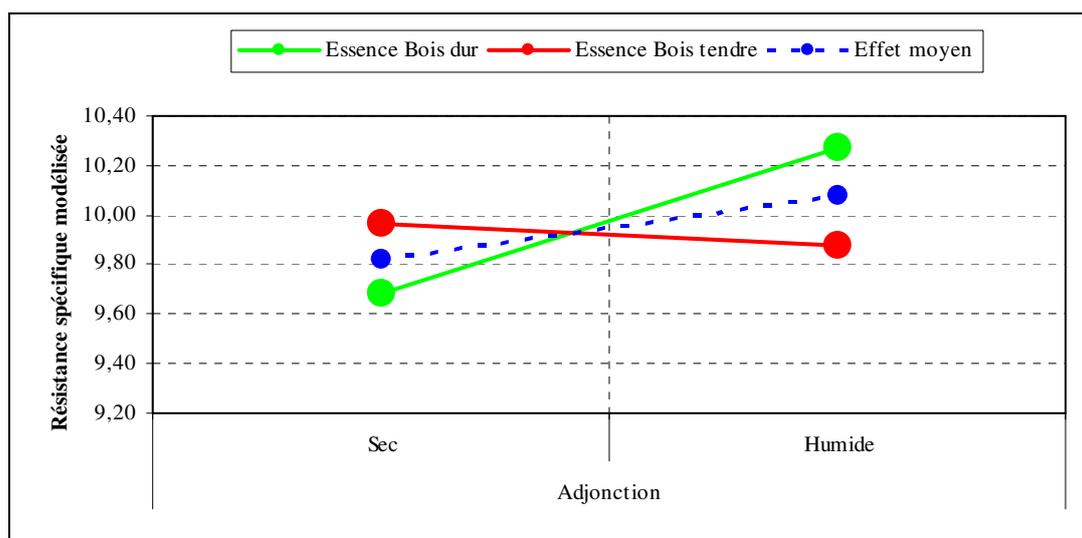


Figure 32 Représentation du couplage entre les effets des facteurs Essence et Contact pour la réponse « Résistance spécifique » (b3.4).

L'analyse de la Figure 32 révèle que le facteur « adjonction » est préférable avec la modalité « sec » afin de diminuer au maximum la résistance spécifique à la filtration, ce qui confirme les résultats précédemment observés. L'analyse des effets réels montre que pour une essence de bois dur, l'adjonction sèche est largement préférable, a contrario, une essence de bois tendre sera préférable sous forme humide mais avec un effet beaucoup moins significatif. Finalement, la combinaison idéale correspond à une essence de bois dur avec une adjonction sous forme sèche. La conclusion sur l'utilisation de bois dur observée lors des analyses précédentes est confirmée.

Ces analyses graphiques ont apporté les éléments de réponse sur les facteurs « temps de contact », « granulométrie », « adjonction » et « essence ». Cependant, il apparaît une contradiction sur la granulométrie, en effet, les observations de la Figure 26 et de la Figure 31 sont favorables à une granulométrie fine contrairement à l'observation de la Figure 29 lors de l'analyse des effets moyens des facteurs qui tendent vers une granulométrie plus grossière. Cependant, la variation de l'effet d'un changement de modalités n'est pas jugée très importante. De plus, la résistance spécifique à la filtration est influencée par la drainabilité du gâteau, il paraît donc évident qu'une granulométrie plus grossière va favoriser l'écoulement du filtrat par création de voie de circulation plus importante dans le gâteau. Cependant, un fort drainage ne veut pas forcément dire, une déshydratation optimale. Enfin, à plusieurs reprises dans les analyses précédentes, il est apparu que la granulométrie fine est plus favorable au bon déroulement du procédé de filtration.

2.4.4. Choix des valeurs expérimentales

L'analyse complète de tous ces résultats à partir des neuf facteurs à deux modalités nous permet maintenant de définir une combinaison idéale pour notre application. Nous retiendrons donc l'expérience suivante comme optimale dans notre procédé :

Quantité	Type de toile	Granulométrie	Temps de contact	Ordre d'introduction
50%	ouverte	Fine	60 min	S+P

Floculant	Essence de bois	Température	Forme d'adjonction
FO 4290 SH	Dur	20°C	Sec

Lorsque nous avons construit la matrice d'expérimentation selon le modèle de Rechtschaffner, nous avons sélectionné 11 expériences parmi 16 du domaine total. Cette expérience optimale ne fait pas partie de la sélection du plan. Il est donc nécessaire de réaliser cette expérience plusieurs fois afin de vérifier si les réponses enregistrées sont meilleures et si les résultats sont répétables. Les sept expériences réalisées sont présentées dans le Tableau 17 :

Tableau 17. Résultats de l'expérience optimale sur les sept essais réalisés

	Rapport humidité	Résistance	Log (Résistance)	Décollement du gâteau
Essai 1	2,06	1,05E+10	10,02	Bon
Essai 2	1,93	9,32E+09	9,96	Bon
Essai 3	1,87	6,03E+09	9,78	Bon
Essai 4	1,90	8,84E+09	9,94	Bon
Essai 5	1,84	1,05E+10	10,02	Bon
Essai 6	1,81	1,37E+10	10,13	Bon
Essai 7	1,69	1,87E+10	10,27	Bon
Moyenne	1,87	1,11E+10	10,04	Bon

En conclusion, la qualité du filtrat et le décollement du gâteau restent conformes à nos attentes. Le rapport d'humidité prend une valeur encore supérieure à celle enregistrée dans le dernier plan d'expériences. La résistance moyenne a augmenté, mais la faible augmentation de sa valeur ne devrait pas avoir d'effet significatif sur la durée de la filtration, cette valeur reste conforme à celle d'une boue correctement floculée et ayant une bonne filtrabilité par comparaison avec les données de la bibliographie.

2.4.5. Conclusions

La température est le paramètre qui a montré les plus grands effets, il est apparu qu'une température supérieure à 35°C provoque la production de filtrat très chargé en graisse, de plus le chauffage des boues avant déshydratation est impossible à mettre en place à échelle industrielle (coût trop important). Le floculant choisi ne s'est quant à lui pas révélé comme un point prédominant dans l'efficacité de la filtration, le floculant retenu présente une meilleure compatibilité dans notre procédé mais avec une influence peu significative par rapport à l'autre réactif exclu lors du premier plan d'expérience.

Tous ces résultats ont révélé l'importance de la quantité de poudre de bois à ajouter aux suspensions. Les résultats avec 50% de poudre de bois se sont montrés nettement plus favorable à celle de 10%, cependant un optimum à ce paramètres doit être recherché afin, éventuellement de réduire le coût d'exploitation des réactifs de filtration. Le temps de contact est aussi un paramètre important économiquement. Une durée de 60 minutes s'est révélé comme une modalité intéressante mais cela rallonge considérablement les temps de cycle de filtration, il paraît donc nécessaire de rechercher le temps de contact idéal pour limiter au maximum le temps de production.

Enfin, point très intéressant, l'étude montre une réelle différence entre l'utilisation de poudre de bois dur et tendre. La forme d'adjonction a également eu une influence significative sur les performances de filtration. Dans les caractéristiques des poudres de bois, le paramètre granulométrie peut encore être affiné dans une recherche d'optimisation, les résultats ont cependant permis d'orienter les analyses vers une granulométrie inférieure à 500 μm .

Ainsi, la dernière étape de notre étude sera consacrée à l'optimisation des paramètres quantitatifs qui ont été étudiés pour deux modalités soit, la quantité de poudre de bois ajoutée, la granulométrie du produit, le temps de contact entre la suspension et le réactif lignocellulosique.

2.5. Optimisation du procédé

2.5.1 Mise au point d'une poudre de bois spécifique au traitement des graisses : essai sur une boue synthétique

2.5.1.1. Optimisation de la granulométrie

Des essais sont réalisés sur la boue synthétique avec des poudres de bois de granulométrie variable. Tous les autres paramètres sont ceux déterminés précédemment, une taux d'adjonction de 50% massique sous forme sèche, une toile ouverte, un temps de contact de 60 minutes, une température de 20 °C et l'utilisation du flocculant FO 4290 SH.

Les résultats des mesures de résistance spécifique et de rapport d'humidité sont présentés dans les figures suivantes. La Figure 33 reprend les essais avec de la poudre de bois dur de différentes granulométries et la Figure 34 reporte ceux réalisés avec la poudre de bois tendre.

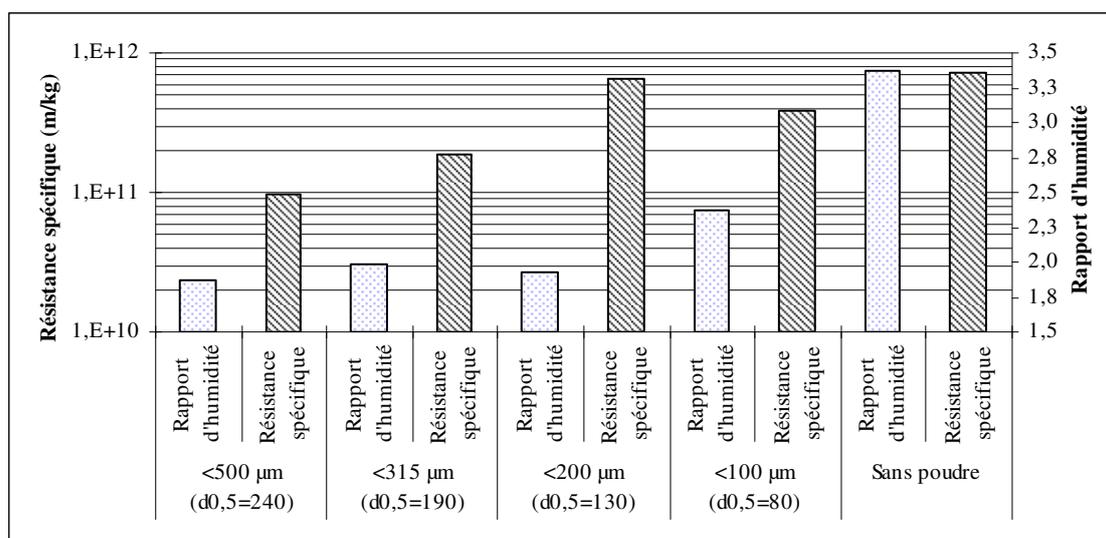


Figure 33 Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois dur utilisée sur la boue synthétique

L'analyse des valeurs des deux mesures montre une variation plus ou moins importante suivant le choix de la granulométrie de la poudre de bois utilisée. La diminution de la granulométrie des poudres induit des baisses de performance. Une distribution de tailles plus large (<500 µm) est plus favorable que l'usage de poudres plus fines ou sans poudre de bois. Des essais complémentaires ont été menés sur des poudres de 500 à 200 µm et de 500 à 315 µm. Une granulométrie de 500-200 µm a permis un gain de performances par rapport à

une poudre <500 µm par contre l'essai avec une granulométrie de 500-315 µm s'est avéré moins favorable. Les poudres de bois 500-200 µm et <500 µm, proche en terme de répartition granulométrique montre des résultats similaires, les résistances spécifiques sont inférieures à 1.10^{11} et leur rapport d'humidité est inférieur à 1,9. Les poudres de bois plus fines, <200 µm et <100 µm montrent des baisses de performances pour les deux mesures. Dans le cas d'une utilisation de poudre de bois dur, une répartition granulométrique moyenne comprise entre 200 et 300 µm, apparaît comme optimum pour ce type de boue.

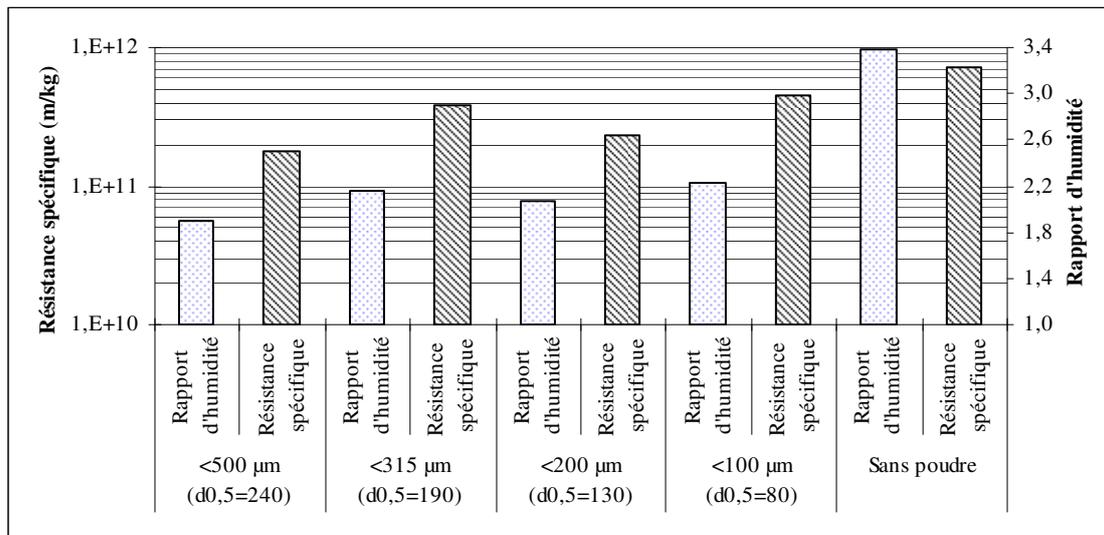


Figure 34 Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois tendre utilisée sur la boue synthétique

Les résultats de la Figure 34 montrent qu'avec la poudre de bois tendre, l'effet est similaire à celle observée avec la poudre de bois dur. Les poudres de granulométrie <500 µm permettent d'obtenir un rapport d'humidité inférieur à 1,9. Les essais avec une poudre de 500-200 µm, permet d'abaisser la résistance spécifique en dessous de 1.10^{11} , cependant, l'effet sur le rapport d'humidité n'est pas visible par rapport à la poudre <500 µm. La poudre 500-315 µm n'apporte aucune amélioration vis à vis des deux paramètres mesurés.

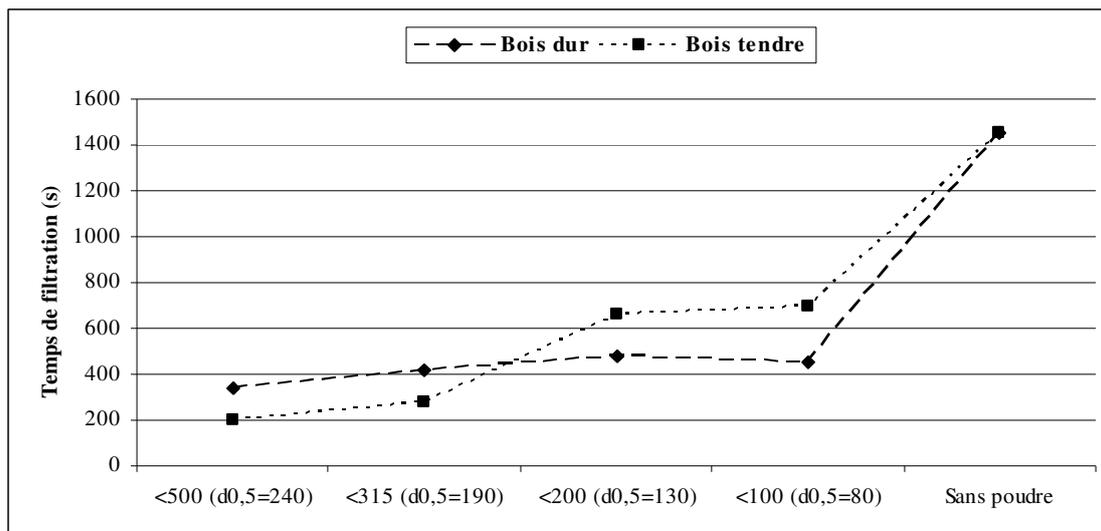


Figure 35 Effet de la granulométrie des poudres de bois sur le temps de filtration de la boue synthétique.

D'après la Figure 35, l'effet de la granulométrie est également visible sur le temps de filtration avec les mêmes tendances que précédemment. En reprenant les résultats sur les trois réponses mesurées, on remarque que pour une granulométrie identique, la poudre de bois dur permet d'obtenir une meilleure résistance spécifique, cependant l'effet sur le rapport d'humidité et le temps de filtration n'est pas significatif.

2.5.1.2. Optimisation du temps de contact

Les essais sont réalisés avec une poudre de bois dur de granulométrie comprise entre 500 et 200 μm . Les autres conditions opératoires sont identiques aux précédents essais portant sur l'effet de la granulométrie. Les variations de résistances spécifiques et de rapports d'humidité selon l'origine de la poudre de bois sont présentées en Figure 36.

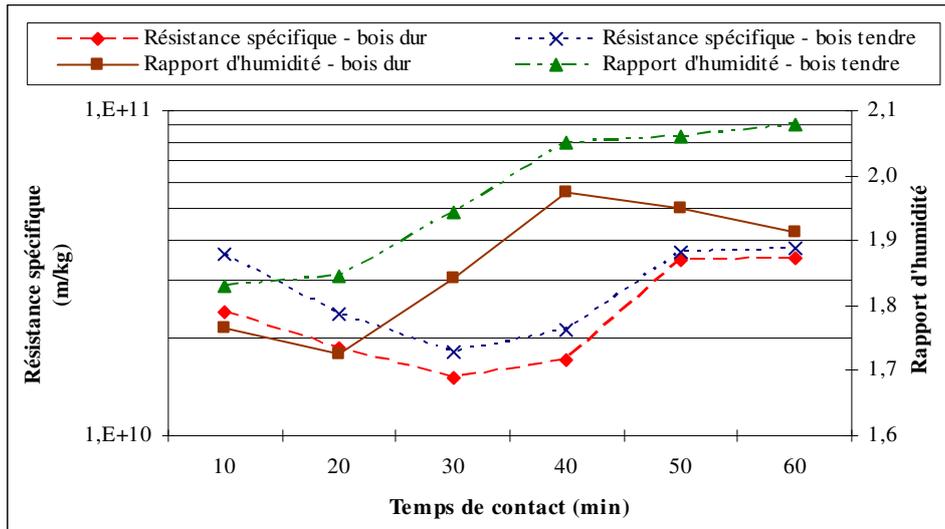


Figure 36 Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction du temps de contact entre la boue synthétique et la poudre de bois, sous agitation avant filtration

L'allure des courbes représentant la résistance spécifique et le rapport d'humidité en fonction du temps de contact entre la poudre de bois dur ou tendre, tendent vers un optimum situé entre 20 et 30 minutes. La comparaison entre les deux essences de bois révèle également de meilleures performances avec l'utilisation de poudre de bois dur.

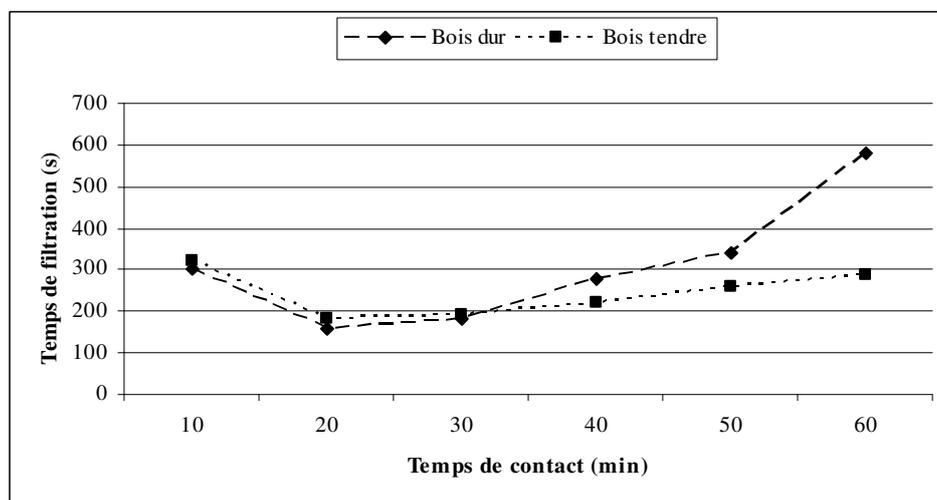


Figure 37 Variation du temps de filtration suivant le temps de contact entre la boue synthétique et la poudre de bois avant filtration

Le temps de filtration représenté sur la Figure 37 pour les deux essences de bois fait apparaître une tendance identique à celle observée à travers les résultats précédents. La différence entre les deux essences est moins marquée mais l'optimum se situe bien entre 20 et 30 minutes. Les baisses de performances sont nettement marquées avec la poudre de bois dur

qui doit avoir un pouvoir d'hydratation supérieur au bois tendre, cette hydratation provoquant un gonflement des particules qui change alors de granulométrie, après 40 minutes de contact en milieu liquide, l'effet sur le bois dur devient très important.

2.5.1.3. Optimisation du taux de traitement à la poudre de bois

Le temps de contact est fixé à 25 minutes en accord avec les conclusions précédentes, la poudre de bois utilisée est constituée de bois dur de granulométrie comprise entre 500 et 200 μm .

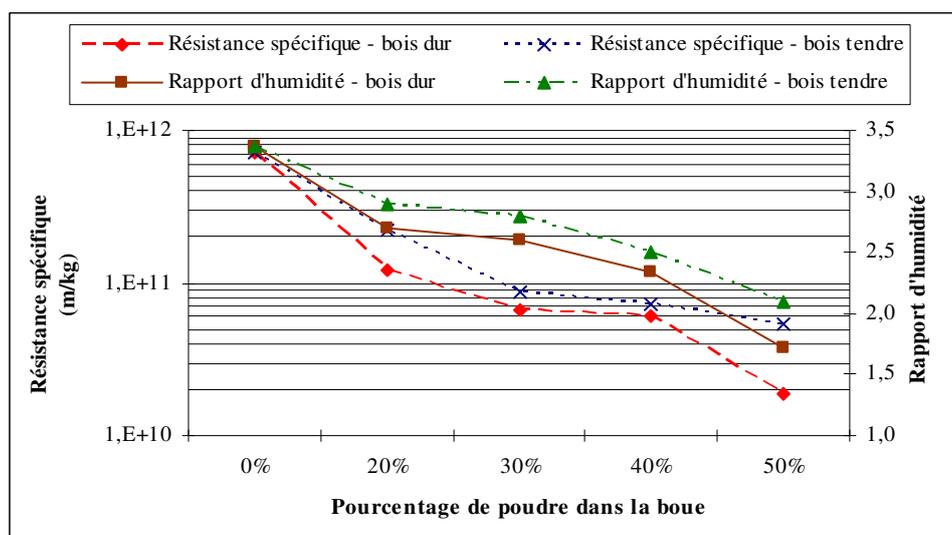


Figure 38 *Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité suivant le pourcentage de poudre de bois ajouté en fonction de la matière sèche de la boue synthétique*

La Figure 38 apporte deux informations. D'une part, plus le taux d'adjonction est important et plus les deux réponses sont favorables quel que soit le type d'essence de bois utilisé. On peut également constater que la poudre de bois dur apporte de meilleures réponses avec tous les taux d'adjonction.

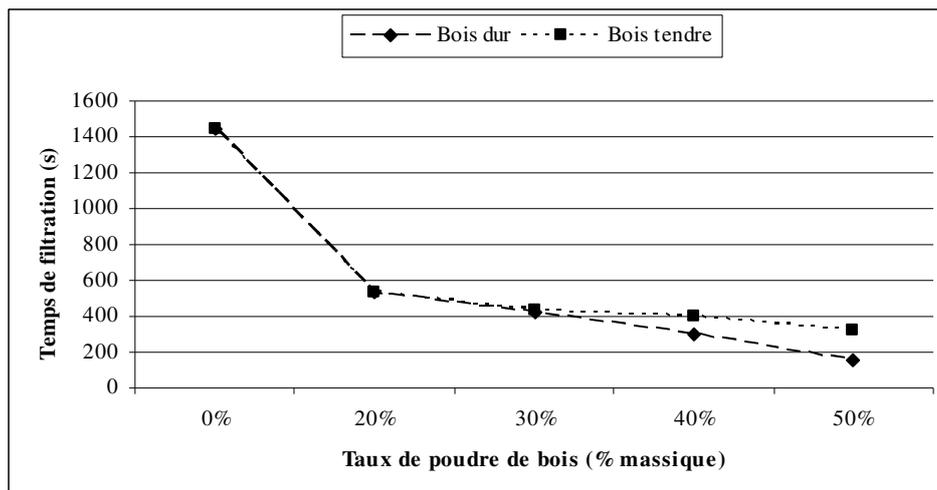


Figure 39 Variation du temps de filtration selon le conditionnement appliqué à la boue, dosage en pourcentage par rapport à la matière sèche de la boue synthétique

Les conclusions relative aux résultats portés sur la Figure 39 sont les même que précédemment. La poudre de bois dur avec un taux d'adjonction maximum est nettement plus favorable sur la réponse du temps de filtration.

2.5.1.4. Discussion et conclusions

Les essais effectués avec une boue synthétique permettent d'affiner les paramètres de granulométrie, de taux d'adjonction et de temps de contact. Une déshydratation optimale est obtenue avec un taux d'adjonction de 50% de poudre de bois ayant une origine de bois dur. La composition chimique des essences de bois étant relativement proche, on peut alors considérer que les différences de performance sont dues à la morphologie des particules. Un bois tendre présente un aspect fibreux alors qu'un bois dur est beaucoup plus sphérique. Ces dernières apportant une meilleure drainabilité d'une boue ayant un fort pouvoir colmatant. De plus l'empilement des couches est plus facile avec ce type de particules.

L'effet de la granulométrie est très marqué avec le bois dur. Suivant la gamme de granulométrie les performances sont très différentes, les particules grossières facilitent le drainage pendant que les plus fines interagissent avec les particules en suspension du fait de leur grande surface de contact. Une granulométrie 500-200 μm apporte les meilleures performances. Les différences de performances suivant la granulométrie du bois tendre sont pas très marquées. Ceci peut s'expliquer par le fait que le bois tendre est très fibreux ce qui rend difficile la calibration des particules, certaines ont un faible diamètre mais peuvent avoir une longueur supérieure à la maille filtrante.

Un temps de contact de 20 à 30 minutes est suffisant pour assurer une bonne déshydratation quel que soit l'essence de bois retenue. Un temps trop court ne permet pas aux particules de bois de s'hydrater et d'interagir avec la boue, en revanche, un temps trop long provoque une saturation en eau qui entraîne un gonflement des particules et une baisse de performances.

Dans tous les cas, l'ajout de poudre de bois quel que soit la granulométrie, l'essence ou le taux d'adjonction et le temps de contact apportent un gain de performances très important en comparaison avec une déshydratation sans poudre de bois.

2.5.2. Influence du ratio et de l'essence de bois utilisée pour le conditionnement de boues industrielles

2.5.2.1. Résultats des essais

Les mêmes expériences que précédemment ont été reproduites sur deux types de boue se différenciant par leur pourcentage de graisse par rapport à la matière sèche ainsi que leur taux de matière volatile en suspension (MVS) présentés dans le tableau 18.

Tableau 18. *Caractéristiques des boues étudiées*

Type de boue	Dénomination	Taux de MVS	% de graisse
Salaison	A	97%	50 %
Station d'épuration urbaine	B	70%	< 1 %

Le temps de contact est fixé à 25 minutes, la poudre utilisée est de granulométrie 500-200 μm . Les facteurs essence de bois et taux d'adjonction sont analysés. L'ensemble des résultats obtenu avec la boue A, est présenté dans la Figure 40 et la Figure 41. Pour la boue B, les résultats sont présentés en Figure 42 et Figure 43.

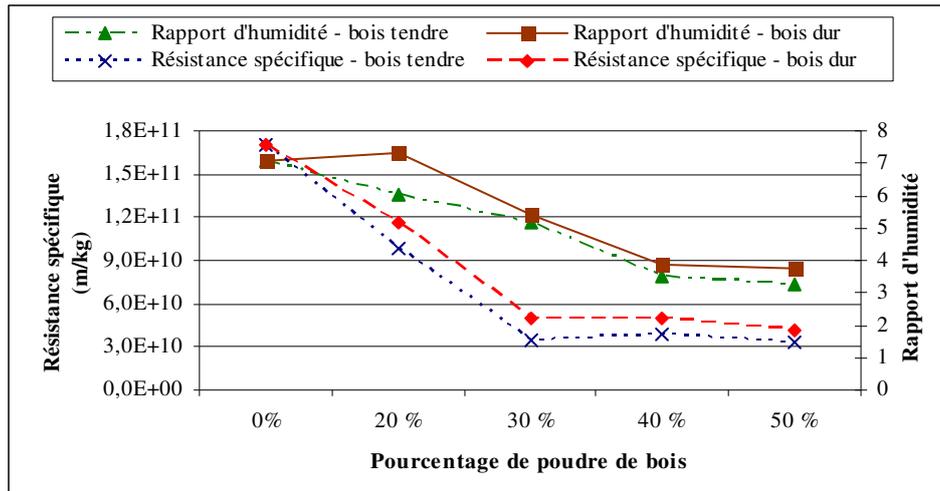


Figure 40 Variation de la résistance spécifique et du rapport d'humidité du gâteau de filtration en fonction de la fraction massique de poudre de bois ajoutée à la boue A

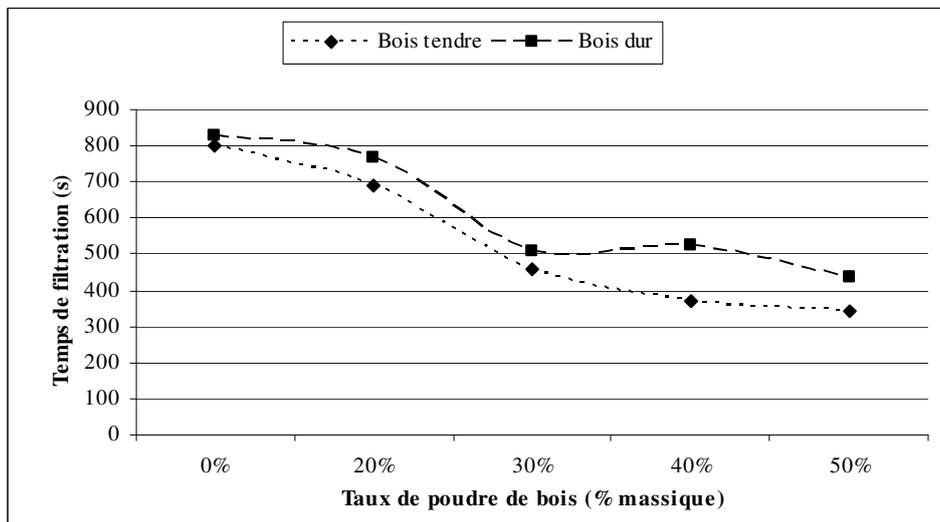


Figure 41 Temps de filtration en fonction de la fraction massique de poudre de bois ajoutée suivant la matière sèche contenue dans la boue A

Les essais réalisés dans des conditions identiques avec des poudres de bois dur et tendre révèlent des réponses légèrement meilleures avec du bois tendre comme le montre la figure 25. L'information principale apportée par ces analyses vient de la quantité de poudre ajoutée. En effet, quelque soit l'essence utilisée, à partir de 30%, les valeurs de résistance spécifique et de temps de filtration varient peu, ces deux mesures étant étroitement liées, cette constatation paraît normale. Pour la réponse du rapport d'humidité, il n'y a plus de variation à partir de 40% et un ajout de poudre de bois de 30 à 40% permet d'obtenir des réponses optimales.

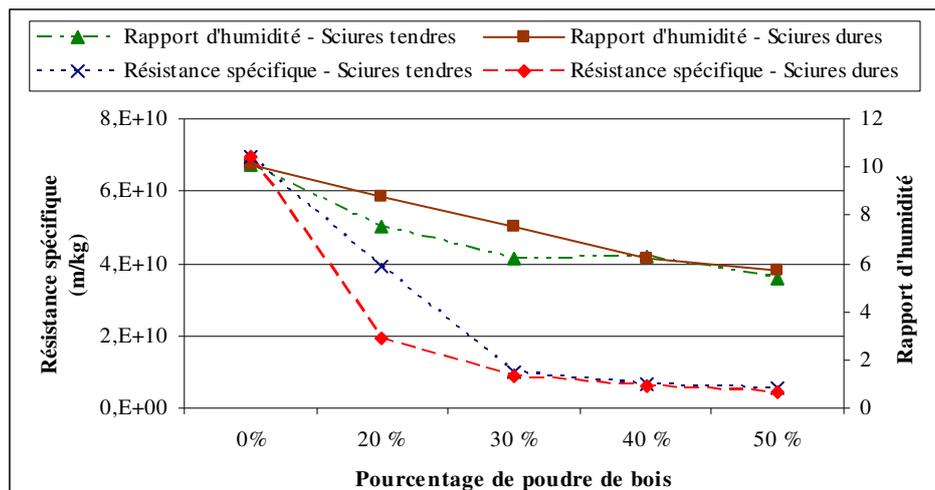


Figure 42 Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité pour les deux types d'essence de bois, en fonction de la fraction massique de poudre de bois ajoutée à la boue B

L'utilisation de poudre de bois tendre ou dur n'a pas d'effet très marqué sur les deux réponses enregistrées. Sur la Figure 42, on constate que l'influence du taux d'adjonction n'a plus d'effet important à partir d'un ajout supérieur à 30%. Ce phénomène est nettement visible concernant l'effet de la poudre de bois tendre sur le rapport d'humidité. La résistance spécifique est inférieure à 10^{11} à partir de 30% d'ajout quelque soit l'essence de bois utilisée.

L'influence de la quantité de poudre utilisée, représenté sur la Figure 43, est plus marquée avec le bois tendre. Le passage de 20% à 30% permet de diviser le temps de filtration par 7. L'effet avec le bois dur est moins marqué entre les quatre modalités retenues, mais la comparaison avec l'essai sans poudre montre l'intérêt de l'utilisation de cet adjuvant.

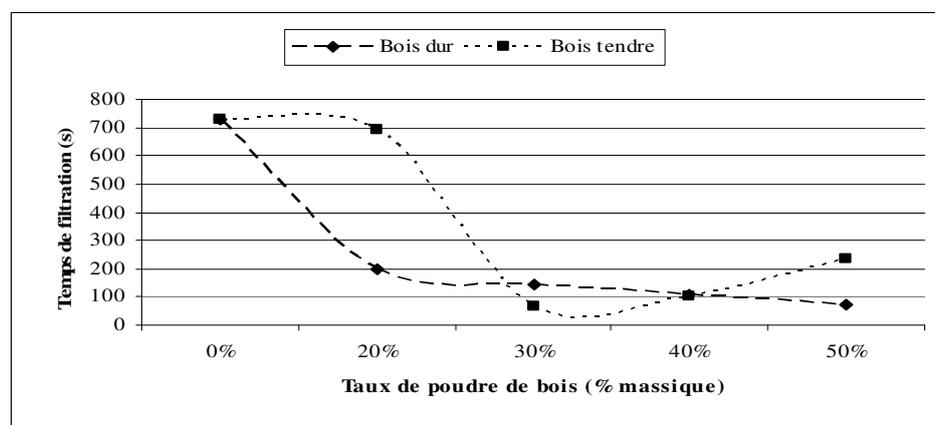


Figure 43 Temps de filtration pour les deux types d'essence de bois, en fonction de la fraction massique de poudre de bois ajoutée à la boue B

2.5.2.2. Conclusion sur le taux d'adjonction

Les performances des bois durs et tendres sont très proches, surtout sur la boue de station d'épuration sans graisse. La boue A étant moins graisseuse et donc moins colmatant, l'effet de la morphologie des particules se fait ressentir plus légèrement que dans le cas de la boue synthétique. Cependant, les particules de bois dur sont plus performantes ce qui confirme la théorie avancée suite aux essais sur la boue synthétique. Avec une boue non graisseuse (Boue B), les particules sphériques ou fibreuses offrent des performances similaires.

Une poudre de bois dur ou tendre ajoutée à hauteur de 30 % est suffisante pour une bonne filtration. Si la siccité finale est l'objectif premier, un taux de 40 % permet de gagner quelques points. Au-delà de cette valeur il n'y a plus de gain de performances sur les trois paramètres. Sur une boue non graisseuse, les performances sont optimales à partir de 30 % sur les trois paramètres.

2.5.3. Influence de la granulométrie de la poudre de bois pour le conditionnement de boues industrielles

Les essais ont été réalisés sur les deux boues utilisées précédemment. D'après les conclusions précédentes, le temps de contact est fixé à 25 minutes et le taux d'adjonction est de 40% pour la boue A et de 30 % pour la boue B. Les résultats obtenus sont repris sur la Figure 44 et la Figure 45.

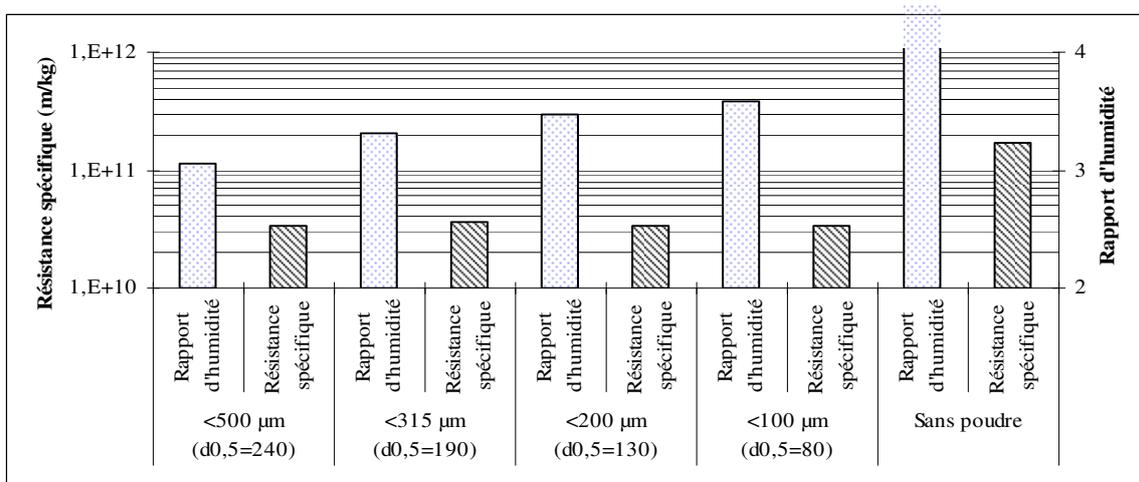


Figure 44 Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois dur utilisée sur la boue A

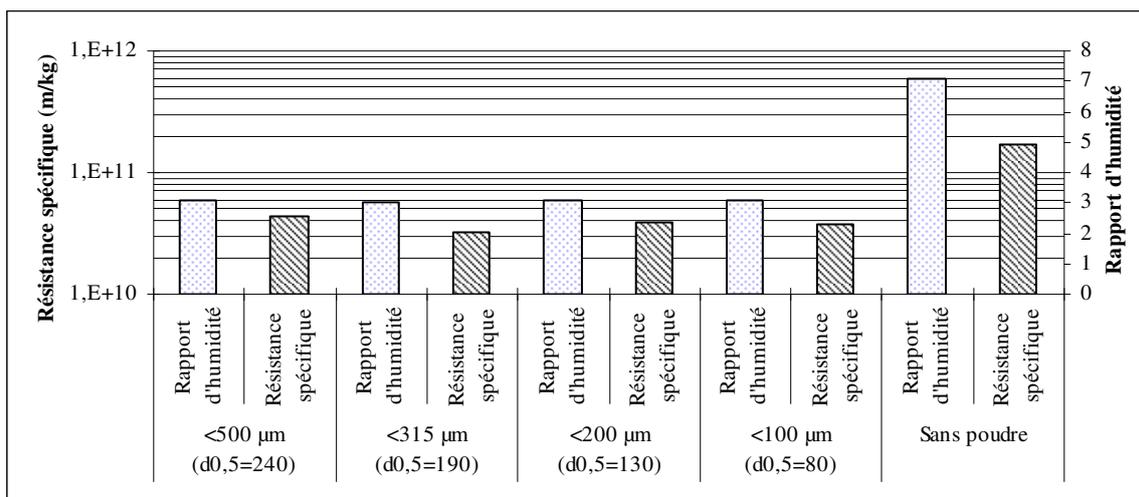


Figure 45 Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois tendre utilisée sur la boue A

L'analyse de la Figure 44 et de la Figure 45 révèle que les variations de résistance spécifique, obtenues à partir des différentes granulométries ne sont pas très marquées quelques soit l'essence de bois utilisée. En revanche, l'ajout de poudre de bois, quelque soit la granulométrie, a un effet très marqué sur la réponse du rapport d'humidité par rapport à l'essai sans poudre. Pour ce dernier, le rapport d'humidité est supérieur à 7, alors que l'ajout de poudre permet d'atteindre des valeurs nettement inférieures à 4. Pour la résistance spécifique, on passe d'un ordre de valeur de 10^{11} à 10^{10} avec un ajout de poudre de bois. Il faut noter que l'utilisation de bois tendre permet d'atteindre des rapports d'humidité proche de 3 contrairement au bois dur où seul la poudre <500 µm se rapproche de la valeur 3. Les autres essais sont supérieurs avec des rapports proche de 3,5. La Figure 46 et la Figure 47 montrent que l'effet de la granulométrie de la poudre de bois dur ou tendre est fortement marqué sur la déshydratation de la boue B.

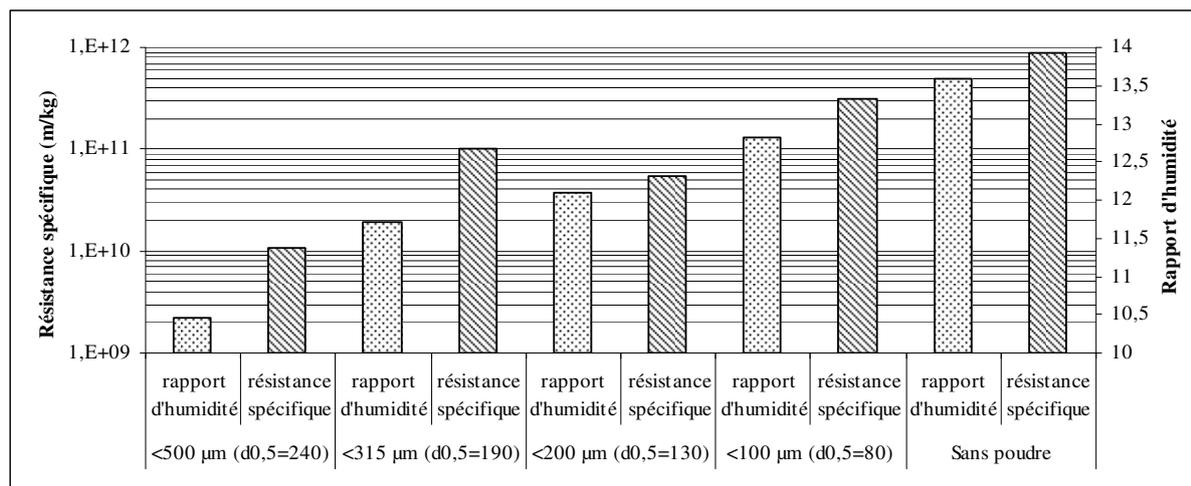


Figure 46 Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois dur utilisée sur la boue B

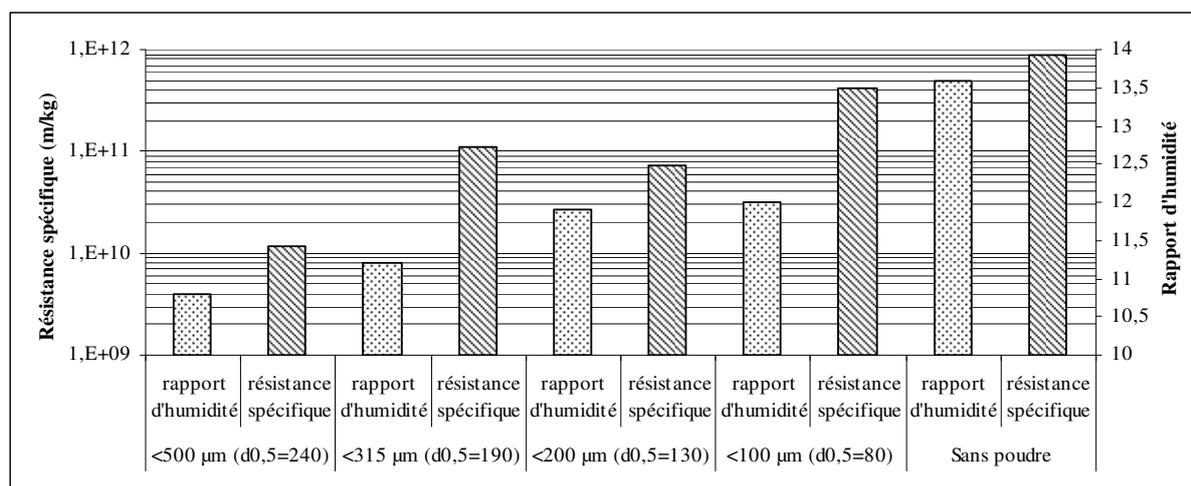


Figure 47 Mesure de la résistance spécifique et du rapport d'humidité en fonction de la granulométrie de la poudre de bois tendre utilisée sur la boue B

L'utilisation de poudre de bois de granulométrie <500 µm est largement favorable pour les deux essences. D'autres granulométries induisent des pertes d'efficacité pour les deux réponses retenues. Les performances avec une poudre très fine < 100 µm sont très proches des valeurs sans ajout de poudre de bois.

2.5.3.1. Conclusion sur la granulométrie

Comme avec la boue synthétique, l'effet est beaucoup plus marqué avec les gammes de bois dur. Les résultats avec les gammes de bois tendre sont moins différenciés, on peut attribuer ce phénomène à la calibration moins précise sur les particules fibreuses de ce bois contrairement au bois dur qui est de forme plus régulière.

Plus on se rapproche de granulométrie fine et plus le phénomène de colmatage est présent avec des performances obtenues sur la poudre de bois $<100\mu\text{m}$ qui sont proche de celles enregistrées sans utilisation de poudre de bois. Cette remarque est surtout visible sur les essais réalisés avec la boue B à partir d'essences dur et tendre. Sur la boue A, l'effet est remarqué seulement avec le bois dur. L'utilisation d'une poudre de bois avec une gamme de granulométrie plus large ($<500\ \mu\text{m}$ ou $500\text{-}200\ \mu\text{m}$) est largement favorable avec les deux essences de bois et avec les deux types de boues. D'après tous les résultats, l'intérêt d'utiliser une poudre de bois $500\text{-}200\mu\text{m}$ permet d'apporter à la boue les effets des grosses particules en limitant l'effet colmatant des plus fines ($<100\mu\text{m}$).

3. Conclusion générale

Les conclusions apportées par ces essais sont :

- Les particules de poudre de bois fines ($<100\ \mu\text{m}$) ont une action colmatant en limitant les performances de la déshydratation.
- A l'inverse, les particules grossières ($>300\ \mu\text{m}$) agissent comme adjuvant de drainage du filtrat au travers du gâteau.
- La calibration des poudres de bois tendre est difficile du fait de la forme fibreuse des particules. Les différences entre les gammes sont moins marquées par rapport aux poudres de bois dur.
- Une poudre de bois dur semble plus adaptée à la filtration d'une boue très grasse, l'effet est atténué avec un taux de graisse moins important.
- La fraction $500\text{-}200\ \mu\text{m}$ représente la gamme de poudre la plus adaptée afin d'optimiser l'ensemble des paramètres quelque soit l'essence de bois.
- Au-delà de $500\ \mu\text{m}$, la surface de contact des particules diminue en défavorisant les interactions avec la boue.
- Le temps de contact est prépondérant pour une bonne déshydratation, un temps trop court limite les interactions entre la boue et les poudres, un temps trop long provoque une hyperhydratation en défavorisant le drainage du filtrat. Les particules gonflent et augmentent alors de granulométrie ce qui défavorise la déshydratation.
- Le taux de graisse contenu dans la boue détermine le taux de poudre de bois à ajouter, 30 % sont suffisants pour une boue sans graisse ou contenant un faible taux, 40 % pour une boue dont la matière sèche est constituée pour moitié de graisses, et jusqu'à 50 % pour une boue ayant une matière sèche constituée essentiellement de graisses.
- La température est un facteur très influant sur la structure des graisses, si elle est supérieure à 35°C , une partie des graisses se liquéfie et circule à travers le média filtrant en augmentant considérablement la charge polluante du filtrat.

- Le fait d'ajouter une poudre de bois sous forme humide n'apporte pas de gain de performance, c'est le temps de contact avec la boue qui conditionne l'hydratation et les interactions entre les particules.
- L'ajout de poudre doit se faire avant le flocculant afin de créer des pontages entre les particules de bois et les matières en suspension de la boue.

Cette démarche d'analyse a permis de mettre au point un abaque protocolaire pour le conditionnement des boues par adjonction de poudre de bois avant déshydratation mécanique sur filtre-presse, cet abaque est présenté Figure 48.

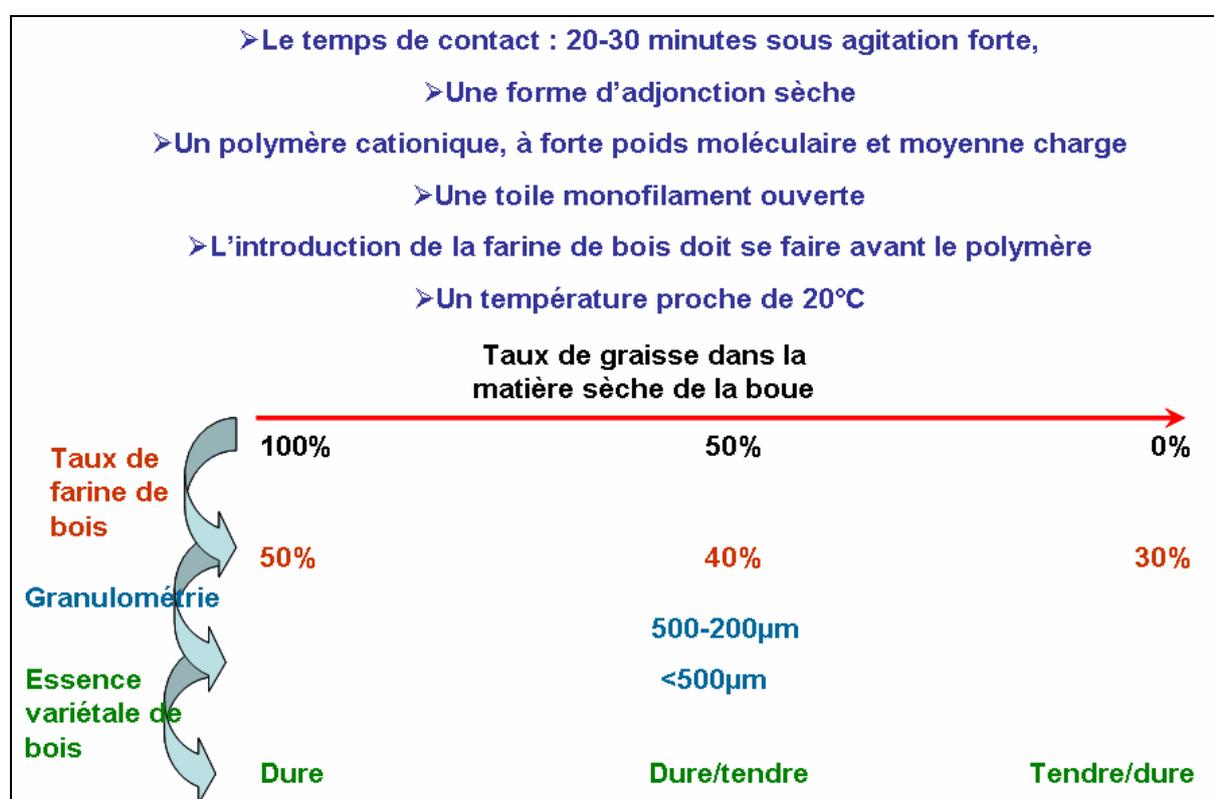


Figure 48 Protocole de conditionnement des boues graisseuses selon le taux de graisse constituant la matière sèche.

Le produit obtenu est facilement manipulable du fait de son état solide, l'humidité est suffisante pour une valorisation par compostage. Le gâteau de filtration est facilement malléable pour permettre son incorporation avec un co-substrat de compostage comme les déchets verts. Les résultats des essais ont été mis en application lors d'une campagne de déshydratation sur filtre-presse pilote afin de produire une quantité de gâteaux de filtration nécessaire à la mise en place des essais de valorisation par compostage. Cette campagne

d'essais s'est déroulée sur 2 mois dans la station de traitement des eaux usées d'une industrie agroalimentaire spécialisée dans la salaison.

Partie 3 : Valorisation par co-compostage des boues graisseuses après déshydratation

Ce travail se propose de vérifier la faisabilité du compostage de gâteaux de filtration en mélange avec des déchets verts. L'intérêt est de fixer les limites du procédé et les difficultés pouvant intervenir à échelle industrielle. Enfin, l'étude devra mettre en évidence l'impact des lipides dans les boues sur le déroulement du compostage mais aussi sur le produit final obtenu. L'étude est menée dans un premier temps à échelle du laboratoire puis les enseignements apportés sont mis en application lors d'essais à l'échelle industrielle.

1. Matériels et méthodes de compostage

1.1. But et principe de l'étude

L'étude est réalisée avec une boue graisseuse déshydratée sur filtre presse après adjonction de poudre de bois. Les gâteaux de filtration obtenus sont compostés en mélange avec des déchets verts. Au travers de plusieurs essais, nous chercherons à mettre en évidence l'influence des lipides de la boue sur le processus de compostage. Nous étudierons leur dégradation mais également leur rôle dans la transformation de la matière organiques.

Le compostage des gâteaux de filtration est mené en deux phases. La première est réalisée en réacteurs de laboratoire afin de mettre au point une méthode adaptée, la deuxième phase est consacrée à la validation du procédé par la mise en place d'essais à l'échelle industrielle.

1.2. Substrats de compostage

Les déchets graisseux sont issus d'une usine de transformation de viande porcine, correspondant à la boue A analyse dans la partie I. La fabrication de charcuterie génère une grande quantité de déchets liquides à haute teneur en graisses qui sont concentrés dans la station de traitement des eaux par flottation. Ces boues sont analysées afin de connaître leur taux de carbone, d'azote et de matières organiques par des méthodes adaptées de celles utilisée pour les mesures dans les composts décrites en 1.4.2. La proportion de lipides contenue dans la matière sèche est déterminée par extraction par la méthode de Folch décrite en 1.5.2.1. Cette teneur est obtenue par comparaison entre la valeur d'extraction et la matière sèche totale de la boue.

La déshydratation sur filtre presse est réalisée selon la définition de l'abaque de conditionnement : adjonction de poudres de bois tendre avec une granulométrie de 200 à 500 μm , un taux de 40% par rapport à la MS et un temps de contact de 25 minutes. Les poudres de bois sont fournies par la société parisienne productrice de sciure (SPPS) et proviennent principalement d'essence de sapin. La boue est également conditionnée à l'aide d'un flocculant organiques cationique de référence FO 4290 SH.

Les déchets verts (gazon, branches de feuillus et résineux, feuilles) proviennent de la station de compostage de la ville de Limoges, ils ont été prélevés au mois d'Avril pour le compost en andains. Les déchets utilisés pour les réacteurs de laboratoire sont récupérés au sein des services d'entretien des espaces verts de l'Université de Limoges durant les mois d'octobre et d'avril.

1.3. Méthode de compostage

1.3.1. Compostage en réacteur de laboratoire

Les premières études sont menées sur de faibles volumes de compost à l'aide de réacteurs isothermes d'un volume utile de 45 litres. Nous disposons de cinq réacteurs permettant de mettre en œuvre plusieurs composts dans différentes proportions de mélange. Le mélange est constitué de déchets verts fraîchement coupés et de gâteaux de filtration obtenus après déshydratation des boues grasses de salaison.

Le système, présenté dans la Figure 49, est équipé de diffuseurs d'air raccordé à une pompe afin de créer une aération forcée de 30 à 60 l/h/kg de MS. Pour éviter la formation de passage préférentielle de l'air et assurer une bonne homogénéisation, le compost est mélangé chaque semaine.

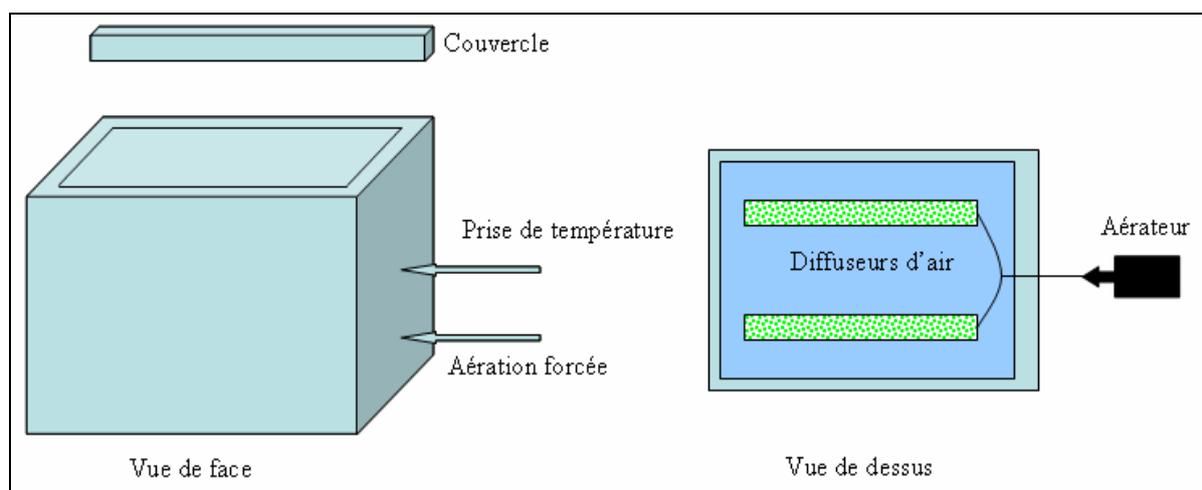


Figure 49 Schéma du système de compostage en laboratoire

Plusieurs mélanges de substrats sont mis en réacteur (les proportions des substrats sont en pourcentage massique). Deux séries d'essais ont ainsi été réalisées et analysées. Le taux de lipide contenue dans le mélange est calculé en tenant compte d'une siccité moyenne des

gâteaux de 55%, la matière sèche des gâteaux est constituée à 40% de poudre de bois, 30% de lipides et 30% de matière organique autres que des lipides, l'humidité des déchets verts est mesurée à 50% :

- 100 % de déchets verts (DV) tout venant
- Un mélange 80 % de DV et 20 % de gâteaux de filtration (GF). Le taux de lipides est de 7% par rapport à la MS totale.
- Un mélange 60 % de DV et 40 % de GF. Le taux de lipides est de 13% par rapport à la MS totale.
- Un mélange 40 % de DV et 60 % de GF. Le taux de lipides est de 19% par rapport à la MS totale.

Pour ces quatre mélanges, la masse de DV est identique. Etant donné la faible densité des DV par rapport aux GF, cet ajout constant de DV permet de maintenir un volume du mélange suffisant pour remplir complètement les réacteurs. Le mélange est réalisé manuellement jusqu'à obtention d'un produit homogène sans grosse fraction de GF.

L'ajout d'eau permet d'assurer une humidité des mélanges proche de 60 % afin de se placer dans les conditions optimales de compostage. Cette teneur en humidité est maintenue jusqu'au début de la phase de maturation. Des prélèvements sont effectués dans chacun des réacteurs en début du processus, puis toutes les semaines pendant un mois et en fin de maturation. L'échantillonnage est réalisé par quartage d'après la norme U44-101. Un prélèvement de 1 kg environ subit deux divisions puis des mélanges successifs pour constituer un échantillon de 250 g dédié aux analyses laboratoires.

Nous conviendrons de parler de phase 2 pour la fin de l'étape thermophile et de phase 3 pour la fin de l'étape de refroidissement (mésophile). La phase de latence au départ étant très courte, nous n'avons pas effectué de prélèvement. Les analyses portent sur le suivi de la dégradation des lipides et la réparation des constituants majeurs (C, H, O, N). Une prise de température est faite de façon quotidienne.

1.3.2. Compostage en andain

Des essais de compostage semi-industriels en andains ont été réalisés sur une plateforme de compostage expérimentale (Figure 50). Le broyage des DV couplé au mélange avec les GF sont réalisés à l'aide d'un broyeur industriel à marteau.

Deux andains ont été mise en place avec les compositions suivantes : l'andain 1 comprenant 70% de DV et 30% de GF et l'andain 2 avec 50% de DV et 50% de GF. Les mélanges sont effectués en quantités massiques de matière brute et les volumes des andains sont d'environ 6 m³ chacun. Ces andains ont été placés sur une plateforme de compostage décrit en Figure 50.

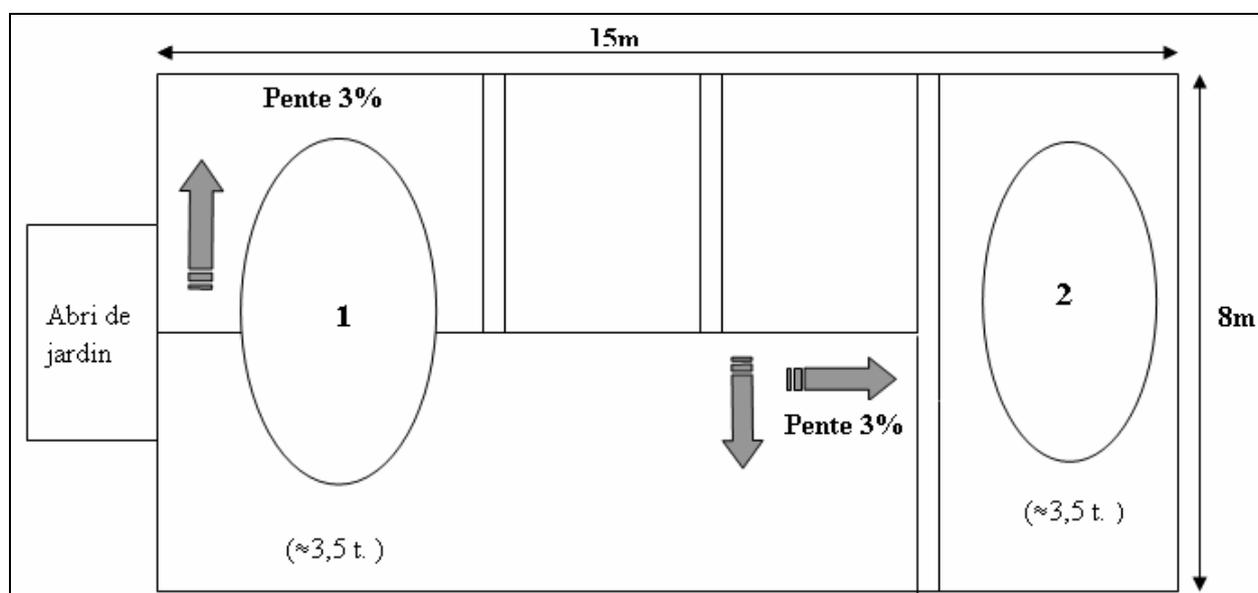


Figure 50 plan de la plate-forme de compostage expérimentale avec l'implantation des andains.

Un prélèvement hebdomadaire est effectué sur chaque andain afin d'analyser les différents paramètres physiques et chimiques du compost en cours de dégradation. Les prélèvements sont effectués en 6 points des andains afin d'obtenir une quantité proche de 4 kg qui subira un quartage pour récolter une fraction représentative de 500 g environ.

L'analyse du taux d'humidité permet de réguler l'apport d'eau lors des retournements, ce taux est maintenu à 60% jusqu'à la phase de maturation. La température est relevée de façon quotidienne à l'aide d'une sonde thermohygrométrique, les baisses de température trop importantes renseignent sur les fréquences de retournement. Le retournement des andains est effectué manuellement avec une fourche.

1.4. Caractérisation physico-chimique

1.4.1. Mesures des paramètres physiques

La mesure du suivi de pH se fait selon la norme ISO 10390 de 1994 (F) traitant de la qualité des sols, décrivant une méthode instrumentale de mesure de routine du pH à l'aide d'une électrode en verre dans une suspension de compost dilué au 5^{ème} dans de l'eau.

Le suivi de température est effectué grâce à une sonde thermohygrométrique, les mesures sont réalisées quotidiennement, en plusieurs points de l'andain ou du réacteur (centre, surface). Cette sonde permet également de suivre le taux d'humidité relative. Il est important de considérer également le taux d'humidité absolue évalué par séchage d'un échantillon représentatif à 105 °c pendant 24 heures, la perte de poids représente la teneur en eau du compost.

Après chaque retournement, le volume des andains est évalué à l'aide d'une formule découlant de la Figure 51 :

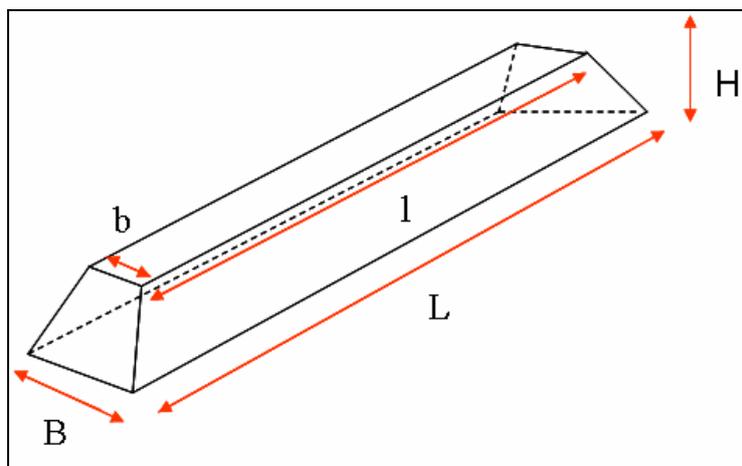


Figure 51 Représentation schématique d'un andain permettant le calcul du volume.

Le volume est calculé grâce à la formule :
$$V = \frac{B+b}{2} \times \frac{L+l}{2} \times H \quad (3.1)$$

Cette mesure permet de suivre la perte de volume des andains et ainsi évaluer la dégradation de la matière organique. Un compost peut perdre jusqu'à 50 % de son volume (Mustin, 1987). La perte de volume dans le réacteur est simplement mesurée par rapport à la hauteur de compost restante dans le cube.

1.4.2. Matière organique

Le dosage du carbone est réalisé selon la norme ISO 14235 de 1998 basée sur la méthode de ANNE proposant une détermination de la teneur en carbone organique dans le sol, après oxydation en milieu sulfochromique et mesure spectrométrique du chrome réduit.

L'azote total kjeldahl est dosé selon la norme NF EN 13654-1 de juillet 2002. Cette méthode comprend une minéralisation utilisant un mélange sulfate de potassium/acide sulfurique, le sulfate cuivrique étant utilisé comme catalyseur. Après minéralisation, la solution est distillée afin de récupérer l'azote sous forme d'ammonium qui sera dosé en retour.

1.4.3. Matière minérale

Le suivi de matière minérale est un bon indicateur de la dégradation de la matière organique par les microorganismes. Cette mesure consiste à placer au four à 550 °C un échantillon de poids connu de compost préalablement séché à l'étuve. Le poids des cendres restantes représente la fraction de matière minérale de l'échantillon.

1.5. Caractérisation de la matière organique au cours du compostage

1.5.1. Introduction

Cette partie comporte deux étapes. La première est consacrée à la caractérisation du processus de dégradation des graisses et le suivi de la transformation des graisses au cours du compostage. Une deuxième étude porte sur le suivi de la matière organique et des modifications de structure biochimique qui peuvent intervenir avec l'identification des produits de décomposition au cours des phases. En parallèle, nous étudierons l'influence de la quantité de lipide du compost sur ces transformations.

1.5.2. Etude des lipides lors du compostage

1.5.2.1. Extraction des lipides totaux par la méthode de Folch *et al.* (1957)

La méthode de Folch consiste à extraire les lipides par un solvant organique en présence d'un alcool qui dissocie les interactions des lipides avec les autres constituants membranaires. Elle est plus rapide que la méthode de Bligh & Dyer (1959) car elle ne

nécessite qu'une seule séquence de mélange et peut être utilisée quelles que soit les concentrations en lipides de l'échantillon sans la nécessité d'adapter les volumes de solvants (Eymard, 2003). Cette technique repose sur le principe d'une extraction à froid des lipides par un mélange de solvant méthanol/ chloroforme (1/2 ; v/v). L'addition d'une solution aqueuse de NaCl à 0,58 % (m/v) permet la séparation des phases. La phase supérieure constituée de méthanol et d'eau contient les composés hydrophiles (glucides et protéines) dont la dissolution est favorisée par la présence de sel tandis que les lipides sont dissous dans la phase organique inférieure.

Le chloroforme et le méthanol sont additionnés de 25 mg/l de BHT (Butyl Hydroxytoluène) afin de limiter l'oxydation lipidique au cours des extractions. Comme décrit dans la Figure 52 un échantillon de 5 g est laissé en contact 10 minutes dans un ballon avec 33 ml de méthanol froid (4°C). 66 ml de chloroforme sont ensuite ajoutés et l'ensemble est homogénéisé 5 minutes puis filtré sur Whattman GF/C 47 mm. Le filtrat est transvasé en ampoule à décanter après un ajout de 22 mL d'une solution de NaCl. L'ensemble est agité puis mis à décanter 6 heures à +4°C dans l'obscurité. Le protocole est schématisé Figure 52.

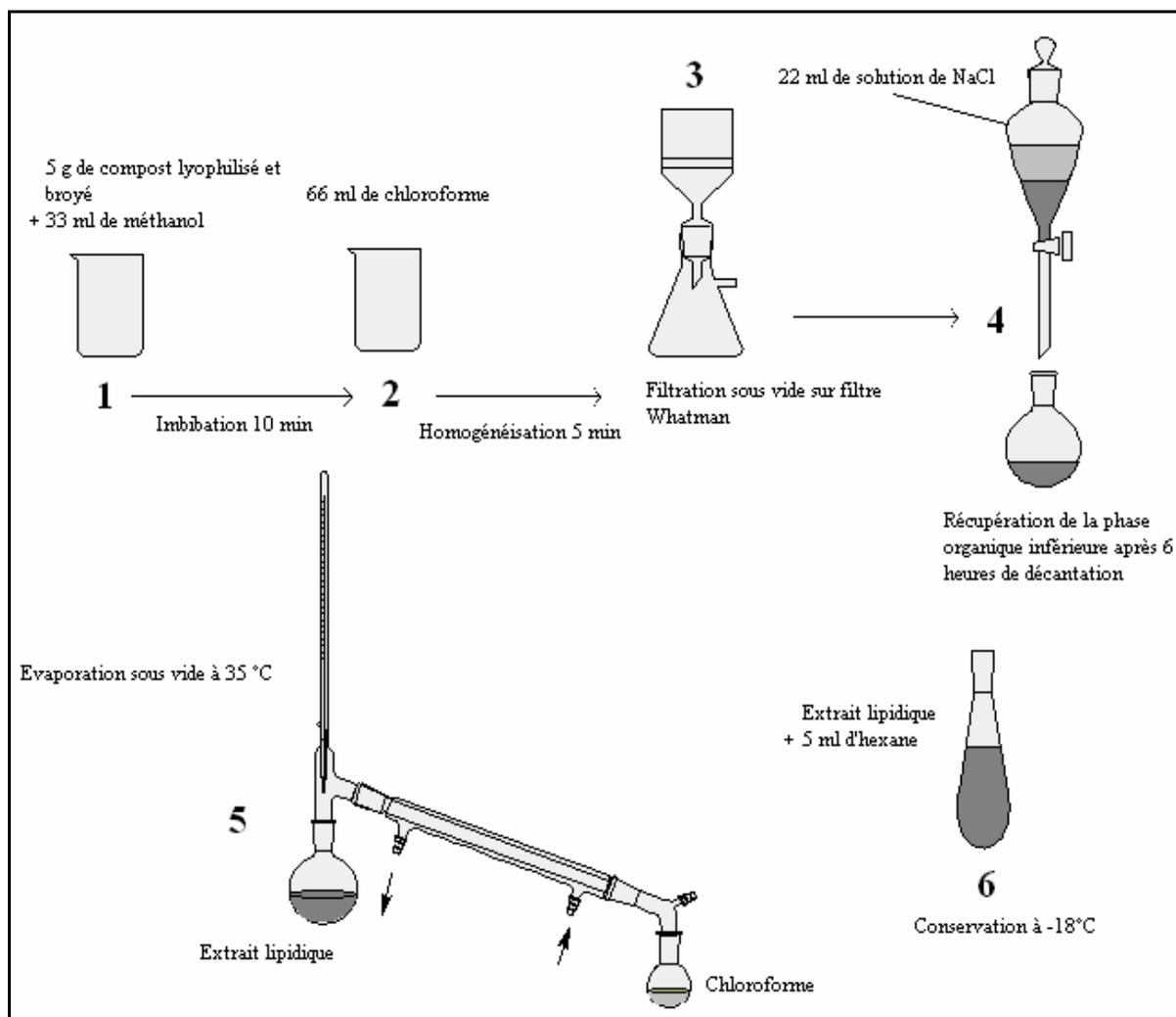


Figure 52 Protocole d'extraction des lipides par la méthode de Folch (1957).

La phase organique inférieure est ensuite prélevée et évaporé à 35°C sous vide à l'aide d'un évaporateur rotatif. L'extrait lipidique obtenu est séché quelques minutes sous courant d'air puis repris dans 5 ml d'hexane et conservé à -18°C dans des tubes en verre.

1.5.2.2. Suivi des acides gras libres et triglycérides au cours du compostage

Les compositions en acides gras libres (AGL) et totaux (AGT) des extraits lipidiques seront déterminées par chromatographie en phase gazeuse (CPG) après méthylation des AG en esters méthyliques d'acides gras (EMAG). La méthode de préparation des esters méthyliques d'acides gras est adaptée de la norme ISO 5509 décrite dans la Figure 53. La méthode d'analyse est adaptée de la norme EN ISO 5508 de 1995. L'analyse des AGT se fait après saponification suivie d'ester méthylation.

Le matériel utilisé est un chromatographe en phase gazeuse GC 8000 modèle 8060 Fisons Instruments, équipé d'un détecteur Spectromètre de Masse modèle MD 800 Fisons Instruments et d'une colonne S&W HP Innowax de longueur 30m et de diamètre intérieur de 0.32 mm. L'épaisseur du film de la phase stationnaire est de 0.15 μm , cette phase stationnaire est de type CARBOWAX. Les conditions d'analyse sont en mode isotherme à 180°C avec injection en mode split et un rapport de division de 50. L'Hélium est utilisé comme phase mobile et régler à un débit de 2 $\text{ml}\cdot\text{min}^{-1}$. Le volume d'échantillon injecté est de 1 μl .

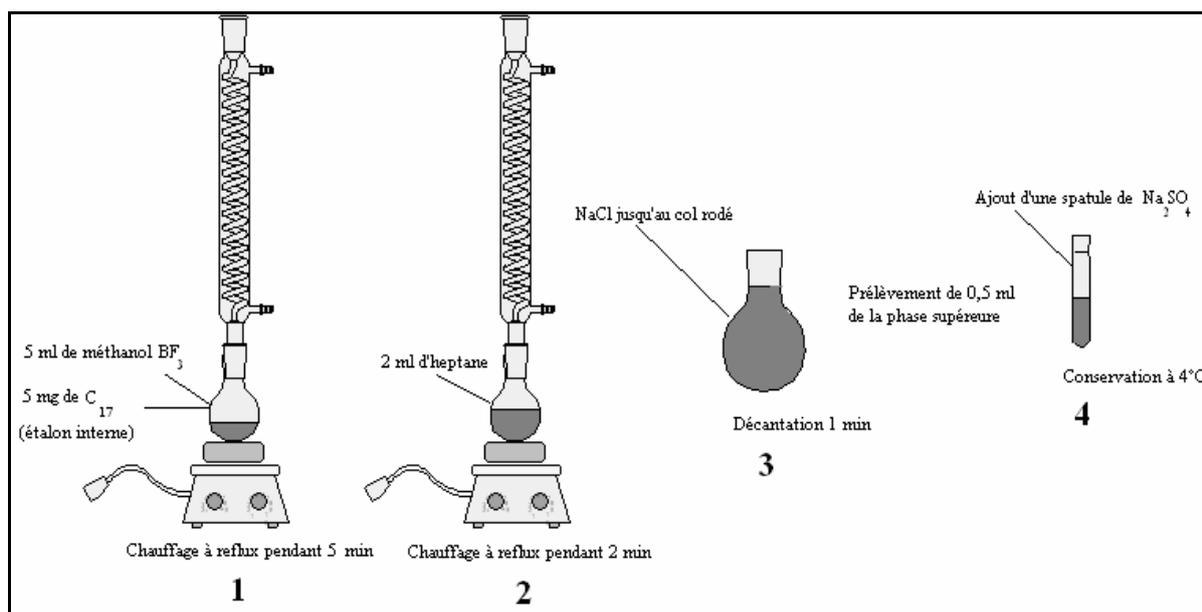


Figure 53 Protocole d'esters méthylation des AGL

Pour l'analyse des AGT, l'extrait lipidique est traité au préalable par hydrolyse en milieu basique par ajout de 4 ml de soude à 0,5 M et chauffage à reflux pendant 10 minutes. La solution ainsi obtenue est ensuite traitée selon le protocole de la précédent.

La même procédure est appliquée à 5 mg de différents acides gras étalon en mélange (C_{14} , C_{16} , C_{16-1} , C_{17} , C_{18} , C_{18-1} , C_{18-2} , C_{18-3} , C_{20}). L'acide heptadécanoïque (C_{17}) est utilisé comme étalon interne, c'est le seul acide gras que l'on ne retrouve pas à l'état naturel.

1.5.2.3. Analyse qualitative

Les pics des chromatogrammes sont identifiés à l'aide du spectre des étalons par comparaison des temps de rétention absolus (t_r) calculés pour chaque pic. Le temps de rétention absolu des étalons est calculé à partir de celui de l'étalon interne (C_{17}). Puis le

calcul est réalisé sur le chromatogramme des échantillons en tenant toujours compte du temps de rétention de l'étalon interne.

$$\text{Pour le chromatogramme étalon : } Tr_{\text{étalon} / \text{étalon interne}} = \frac{Tr_{\text{étalon}} - T_0}{Tr_{C_{17}} - T_0} \quad (3.2)$$

$$\text{Pour les chromatogrammes des échantillons : } Tr_{C_i / \text{étalon interne}} = \frac{Tr_{C_i} - T_0}{Tr_{C_{17}} - T_0} \quad (3.3)$$

Avec C_i , $14 < i < 20$, correspondant à une chaîne de carbone (de C_{14} à C_{20}).

1.5.2.4. Analyse quantitative

La mesure quantitative des AG dans les échantillons est évaluée par rapport à l'aire de leurs pics d'enregistrement. Cette aire est comparée à celle du mélange étalon dans laquelle les masses d'AG sont connues.

$$\text{Pour le chromatographe étalon : } [C_i \text{ étalon}] = \frac{\text{masse.prélevée}}{2} \quad (3.4)$$

Avec $[C_i \text{ étalon}]$ la concentration de chaque étalon introduit dans le ballon.

Pour les chromatographes des échantillons, la quantité de chaque chaîne de carbone est calculée en mg/ml à l'aide de la formule :

$$[C_i] = [C_i \text{ étalon}] \times \frac{A_{C_i}}{A_{\text{ét.}}} \times \frac{A_{\text{ét.int.}} \times C'_{\text{ét.int.}}}{A'_{\text{ét.int.}} \times C_{\text{ét.int.}}} \quad (3.5)$$

Avec, $[C_i]$: Concentration de C_i dans l'échantillon.

$[C_i \text{ étalon}]$: Concentration de C_i dans le mélange étalon.

A_{C_i} : Aire du pic de C_i dans l'échantillon

$A_{\text{ét.}}$: Aire du pic de C_i dans le mélange étalon

$A_{\text{ét.int.}}$: Aire du pic C_{17} dans le mélange étalon

$A'_{\text{ét.int.}}$: Aire du pic C_{17} dans l'échantillon

$C_{\text{ét.int.}}$: Concentration en C_{17} dans le mélange étalon

$C'_{\text{ét.int.}}$: Concentration en C_{17} dans l'échantillon

Le calcul du pourcentage de chaque chaîne carbonée est donné par la formule

$$\%C_i = \frac{A_{C_i}}{\sum A_{C_i}} \times 100 \quad (3.6)$$

1.5.3. Méthode de mesure des produits de décomposition

1.5.3.1. Analyse élémentaire

Quatre échantillons de compost sont prélevés au cours des différentes phases du compostage : au départ, en fin de phase thermophile, en fin de phase mésophile et après la phase de maturation. Ces quatre échantillons sont lyophilisés puis broyés et à nouveau lyophilisés avant d'être soumis à un analyseur élémentaire afin de déterminer les proportions des éléments carbonés, azote, hydrogène et oxygène contenus dans la matière organique. Les résultats sont exprimés en pourcentage de masse dans la prise d'essai, étant admis que le pourcentage de matière organique est égal à la somme des quatre pourcentages des éléments dosés soit :

$$MO\% = C\% + H\% + N\% + O\% \quad (3.7)$$

La matière minérale est obtenue par la méthode de calcination et comparée avec la valeur donnée par la formule :

$$MM\% = 100 - MO\% \quad \text{ou} \quad MM\% = 100 - (C\% + H\% + N\% + O\%) \quad (3.8)$$

1.5.3.2. Taux de décomposition

A partir des taux de matière minérale déterminés au cours du compostage, le taux de décomposition τ de la matière organique peut être calculée d'après la formule de Jouaiphy et al. (2005) :

$$\tau\% = \left[\frac{fMO_i - fMO_f}{fMO_i \times (1 - fMO_f)} \right] \times 100 \quad (3.9)$$

$$\text{ou } \tau\% = \left[\frac{fMM_f - fMM_i}{fMM_f \times (1 - fMM_i)} \right] \times 100 \quad (3.10)$$

Avec fMO_i et fMO_f représentant respectivement la fraction de matière organique initiale et finale, et fMM_i et fMM_f désignant les fractions de matière minérale initiale et finale. Il est alors possible de calculer τ entre deux phases successives de compostage mais aussi entre chaque phase. La comparaison des valeurs de décomposition, selon le processus de compostage appliqué, renseignera sur les performances de chacun.

1.5.3.3. Réactions stoechiométriques de dégradation du compost

A partir du taux de décomposition τ de la matière organique entre deux phases du processus de compostage dénommées MO_n et MO_{n+1} , on calcule successivement :

- Le pourcentage de MO disparue entre les deux phases de décomposition,

$$MO_{disparue} \% = \frac{MO_n \times \tau\%}{100} \quad (3.11)$$

- Le pourcentage de MO virtuelle, « dénommée fraction restante », de la phase n+1, soit le pourcentage de MO_n qui resterait pour constituer la MO de la phase n+1 après élimination de la fraction disparue. Fraction restante $\% = MO_n \% - MO_{disparue} \% \quad (3.12)$

- Le pourcentage ajusté de chacun des éléments C, H, N, O dans la fraction restante ;

$$\begin{aligned} \bullet \quad \frac{\% \text{ de l'élément}}{\text{dans la fraction restante}} &= \frac{\% \text{ de l'élément}}{\text{dans la } MO_{n+1}} \times \frac{\% \text{ de la fraction restante dans la } MO_{n+1}}{\% MO_{n+1}} \\ (3.13) \end{aligned}$$

- La composition de la fraction restante de la phase n est alors celle de la MO de départ de la phase n+1.
- Le pourcentage de chacun des éléments C, H, N, O dans la fraction disparue, obtenu par le calcul suivant :

$$\bullet \quad \frac{\% \text{ de l'élément}}{\text{dans la fraction disparue}} = \frac{\% \text{ de l'élément}}{\text{dans la } MO_n} - \frac{\% \text{ de l'élément}}{\text{dans la fraction restante}} \quad (3.14)$$

- Les formules brutes de la MO_n et de la fraction restante déterminées en divisant le pourcentage de chaque élément par son poids atomique. La fraction disparue est obtenue

par calcul :

$$\frac{\text{Formule de la fraction disparue}}{\text{de la } MO_n} = \frac{\text{Formule}}{\text{de la } MO_n} - \frac{\text{Formule de la fraction restante}}{\text{de la } MO_n} \quad (3.15)$$

1.5.3.4. Séparation par groupements atomiques fictifs

A partir des formules molaires des MO initiales, restantes et disparues, la méthode de Tardy et al. (2000) est appliquée afin d'étudier l'état dans lequel se trouve le carbone. Cette méthode fait appel aux groupements atomiques fictifs (GAF) et se déroule en quatre étapes successives :

- Elimination du groupement NH, considéré comme protéique, leur diversité de structure rend très difficile l'interprétation de leur évolution.
- A partir de la formule brute restante, on constitue ensuite le maximum de groupements atomiques CH_2O représentant le C hydraté.
- Puis les groupements CO ou CH_2 sont constitués, l'un excluant l'autre. Les CO représentent le C oxydé et les CH_2 le C réduit.
- Enfin, les éléments restants permettent de déterminer le nombre de carbone isolé ou H_2O . Le carbone isolé étant dénommé Csec, indicateur de noyaux aromatiques et H_2O indiquant une hyperhydratation.

Concernant les matières organiques des phases n et de la fraction restante, les calculs sont effectués directement contrairement à la fraction disparue pour laquelle les GAF sont obtenus par soustraction des valeurs de la phase n avec celles de la fraction restante. Les valeurs négatives étant aberrantes ne seront pas utilisées pour la suite des calculs.

La carbone totale est donnée par la formule $C_t = nCH_2O + nCO + nCH_2 + nC_{sec}$. A partir de cette valeur, il est possible d'évaluer l'état d'oxydation du carbone I_{ox} donné par la formule $+2CO/C_t$ assimilé à du C oxydé ou par $-2CH_2/C_t$ dont la valeur négative est associée aux formes réduites C réduit.

Afin d'effectuer des comparaisons entre les différentes phases du compostage, les rapports entre les GAF et C_t sont réalisés ainsi que le rapport des GAF entre eux.

Enfin, il est possible d'évaluer la dégradation simultanée ou non de la cellulose et de la lignine en comparant les valeurs des rapports des GAF/Ct avec les valeurs correspondantes de ces rapports présentés en Tableau 19 :

Tableau 19. Groupements atomiques fictifs et leurs rapports dans la cellulose et la lignine.

	Ct	CH ₂ O	CO	CH ₂	Csec	CH ₂ O/Ct	O/Ct	CH ₂ /Ct	Csec/Ct	Cx	CH ₂ O/Csec	CO/Csec	CH ₂ /Csec	Csec/CH ₂ O
Cellulose	6	5	0	0	1	0,833	-	-	0,167	0	5	-	-	0,2
Lignine	10	53	0	43	69	0,321	-	0,261	0,418	0,521	0,768	-	0,623	1,302

1.6. Stabilité du compost

1.6.1. Principe d'évaluation

Un compost mature doit avoir subi un important processus d'humification de la matière organique, cette dernière devant rester stable et ne plus être soumise à des dégradations intenses. Plusieurs mesures ont été effectuées afin d'évaluer le degré d'humification et de stabilité du compost.

1.6.2. Fractionnement de la matière organique en acides humiques et acides fulviques

Le dosage des acides humiques (AH) et acides fulviques (AF) est réalisé par fractionnement d'après la méthode de Serra-Wittling et al. (1996). 2 g de compost sec et broyés sont mis sous agitation pendant deux heures en présence de 100 ml de NaOH à 0,1 M. Les fractions solubles des AF et AH sont ensuite récupérées après centrifugation à 8500 g pendant 15 minutes suivi d'une filtration sur Whattman GF-C 47 mm.

Pour récupérer les AF, les AH sont précipités par acidification de 20 ml de l'extrait avec 3 ml d'acide sulfurique 1 M. Après une nuit à 4°C, la solution est centrifugée à 6500 g durant 15 min, le surnageant comprenant les AF est filtré (Whattman GF-C 47 mm) et conservé au frais pour l'analyse.

Le carbone des deux extraits obtenus (AH+AF et AF) est dosé par un analyseur de carbone en milieu liquide. L'appareil utilisé est un DHORMANN Phénix 8000 avec injecteur automatique. La teneur en carbone est déterminée avec la formule :

$$C_{AF} = (c_{\text{extrait}} - c_{\text{blanc}}) \times \frac{V_{\text{solution}}}{m_{\text{compost}}} \quad \text{et} \quad C_{AF+AH} = (c_{\text{extrait}} - c_{\text{blanc}}) \times \frac{V_{\text{solution}}}{m_{\text{compost}}} \quad (3.16)$$

Avec, c_{extrait} la teneur en C de la solution d'extraction de compost (g/l), c_{blanc} la teneur en C de la solution d'extraction (g/l), V_{solution} le volume d'extrait soit 100 ml pour AH+AF et $100 \times (1+3/20)$ ml pour AF et m_{compost} la masse de compost extraite. On déduit alors la valeur de AH par, $C_{AH} = C_{AH+AF} - C_{AF}$.

1.6.3. Test de maturité et de phytotoxicité

1.6.3.1. Test d'auto-échauffement

De nombreuses études ont permis la mise au point d'analyses permettant d'évaluer la maturité des composts, ce qui est essentiel pour obtenir les autorisations de commercialisation du produit. Ces tests peuvent se classer en quatre catégories selon qu'il s'agit de méthodes empiriques, physiques, chimiques ou biologiques. Un test physique simple pour vérifier si le compost est stabilisé est celui de la réhumidification dit test d'auto-échauffement. Il s'agit de réhumidifier à 50% le compost et de l'aérer par brassage intense afin de réaliser un suivi de température pendant 10 jours. La variation de température permet de donner une note sur l'échelle de Dewar présenté dans le Tableau 20 :

Tableau 20. *Test d'auto-échauffement de Dewar, estimation et description de la classification d'un compost basé sur le système européen*

Evaluation de la différence de température avec l'air ambiant	Classes officielles de stabilité	Description des classes	Groupes majeurs
0-10°C	V	Très stable	Compost mature
10-20°C	IV	Modérément stable	
20-30°C	III	Matière en cours de décomposition, compost actif	Compost actif
30-40°C	II	Immature, compost jeune ou très actif	
40-50°C et plus	I	Compost frais, matières juste mélangées	Substrat frais non dégradé

Le test de Dewar a été introduit en Europe en 1982 (Jourdan, 1982) puis révisé en 1995 (Becker & Köter, 1995) et fut adopté comme standard en Allemagne par le département de l'environnement en 1994 (FCQAO). L'échelle va de I à V suivant la remontée en température, un compost mature possède une valeur de IV ou V.

1.6.3.2. Test du cresson

Un compost répondant au critère de maturité peut-être phytotoxique. Afin de déterminer l'innocuité d'un compost, il existe le plante-test (Spohn, 1969). Cette méthode consiste à remplir de compost un plateau et d'épandre 10 g de graines de cresson à la surface. La préparation est couverte d'une plaque de verre pour le temps de la germination, le plateau est pesé tous les deux jours et l'eau qui s'est évaporée est remplacée. Après 5 jours, l'obtention de 60 à 100 g de cresson assure que le compost est de qualité. S'il s'agit d'un compost de mauvaise qualité, les graines ne germeront pas ou donneront peu de pousses.

Il existe également la norme expérimentale XPU 44-165 de 2004 « Test rapide de la maturité d'un compost et de caractérisation des matières premières vis à vis de la germination du cresson ». Cette Norme est utilisée dans plusieurs plates-formes de compostage. Pour notre étude, nous nous référons à cette dernière. Un mélange compost/Tourbe blonde en proportion 40/60 % est réalisé afin de placer 25 graines de « cresson alénois » dans des pots de 1 litre remplis du mélange. Le mélange est préalablement humidifié jusqu'à saturation du substrat, la même opération est réalisée uniquement avec de la tourbe blonde servant de témoin de comparaison. Chaque opération est renouvelée trois fois.

2. Résultats et discussions

2.1. Compost de laboratoire

2.1.1. But et principe de l'étude laboratoire

Dans cette première étude à l'échelle laboratoire nous avons étudié le taux de gâteau de filtration pouvant être ajouté aux déchets verts (DV) en prenant des valeurs allant de 0% à 60 %. Cette large gamme de mélange de DV et de gâteau de filtration permettra d'observer les limites du procédé en vue d'une application à échelle industrielle.

2.1.2. Caractéristiques physico-chimiques classiques des composts

2.1.2.1. Mesure sur les substrats de départ

Dans la boue liquide de départ, le taux de lipides moyen représente 50% de la MS. Les analyses ont montré un taux de MS de 17% et une teneur en matières organiques de 97,8%, le carbone organique représente de 612 mg/g MS et l'azote Kjeldahl 31,13 mg/g de MS.

Les poudres de bois utilisées ont un taux de carbone organique de 673 mg/g, d'azote Kjeldahl de 4,62 mg/g et une matière organique >99%.

Les gâteau de filtration obtenus après déshydratation sur filtre-presse ont une siccité de 55%.

Le flocculant organique ajouté au conditionnement n'est pas pris en compte dans le substrat de compostage, le dosage est de 0,6 % par rapport à la MS de la boue, ce qui est très faible. De plus, ce flocculant n'a pas de caractère toxique et ne devrait pas avoir d'influence sur le déroulement du compostage.

Les déchets verts utilisés ont une humidité 50% avec une teneur en matière organique proche de 92%.

2.1.2.2. La température

Le suivi de la température des réacteurs est représenté sur la Figure 54. Ces courbes montrent de grandes variabilités dans le déroulement du compostage selon le substrat de départ. Les flèches indiquent les points de prélèvements, d'arrosage et d'homogénéisation.

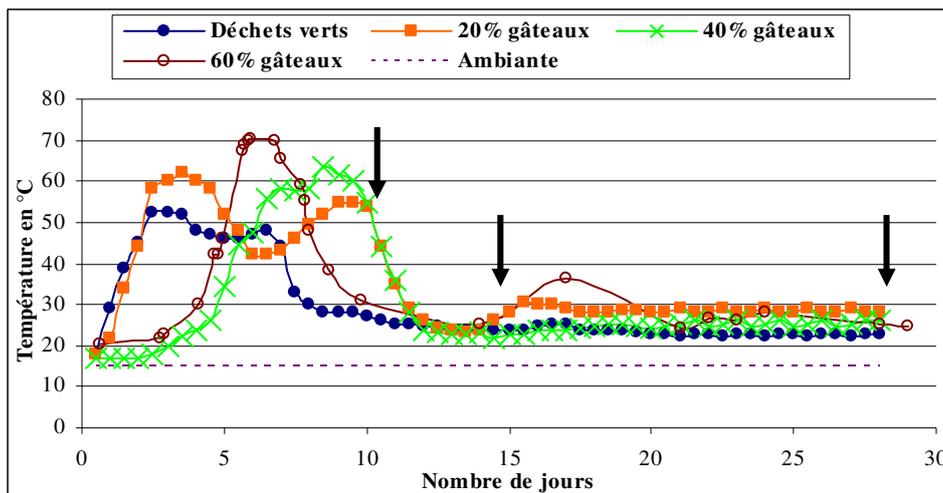


Figure 54 Relevés des températures pour différents composts en réacteurs.

La phase de montée en température intervient plus rapidement pour les essais ne contenant pas ou peu (20%) de gâteaux. La température maximale est atteinte en 2-3 jours. A partir de 30 % de gâteau, cette phase subit un décalage de 3 à 4 jours. Ce décalage peut provenir d'une colonisation plus longue des bactéries spécifiques de la dégradation des graisses, l'environnement à l'interface eau-matière étant plus difficile d'accès.

La température maximale de l'essai contenant 60% de gâteaux est supérieure aux autres essais de 10 °C mais sur une très courte période (moins de 2 jours). Cette forte montée en température peut être attribuée à une teneur importante en matière organique facilement assimilable comme les lipides. Nous avons constaté lors du premier prélèvement, un tassement plus important pour cet essai, ce qui peut expliquer que l'activité microbienne ait ralenti suite à un manque d'oxygène. Le tassement réduit les espace lacunaire limitant la circulation de l'oxygène dans le compost. De plus, contrairement aux autres essais, le compost à 60% présentait des zones sèches ce qui a nécessité un apport d'eau supplémentaire.

Sur ce même essai, au 15^{ème} jours, on peut noter une reprise de l'activité avec augmentation de la température. La température est montée rapidement alors qu'aucun assèchement du compost n'est observé puisque les réacteurs sont fermés hermétiquement. Ce phénomène serait plutôt attribué à un manque d'oxygène et associé à une hétérogénéité du substrat. Cet essai montre les difficultés d'homogénéisation d'un compost contenant une grande quantité de graisses en exploitation industrielle.

2.1.2.3. Evolution de la fraction organique

Le suivi de la teneur en matière organique est directement lié à la dégradation et à la transformation de la matière par le processus d'humification. Ces taux suivis au cours du compostage des quatre substrats sont présentés Figure 55.

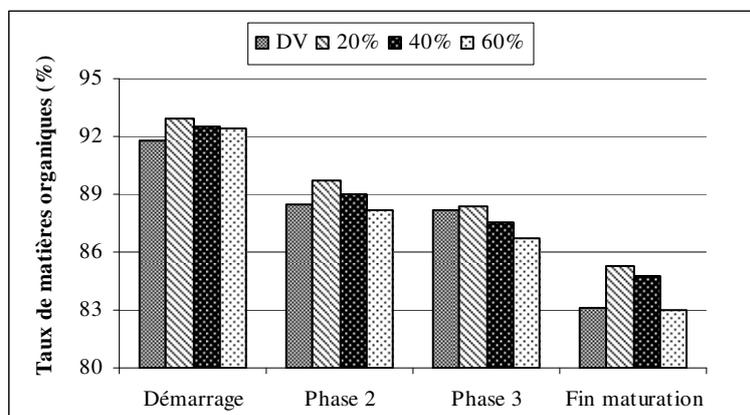


Figure 55 Evolution de la matière organique pour les quatre composts au cours des différentes phases du processus.

Au cours du compostage, 8,5% à 10 % de la matière organique ont été transformés. Il faut noter que la biodégradation est réalisée lors des phases thermophile et de maturation. Les mesures réalisées entre la phase thermophile et de refroidissement (mésophile) montrent une faible dégradation de la matière organique, ces données étant conformes à un déroulement normal du compostage. Il faut noter cependant que quelque soit le compost étudié, les profils de dégradation sont relativement proches. D'après cette mesure, l'adjonction de graisse n'a pas une réelle influence sur la transformation de la matière organique par rapport au compostage témoin de déchets verts. L'analyse du taux de dégradation entre les phases est présentée dans la Figure 56.

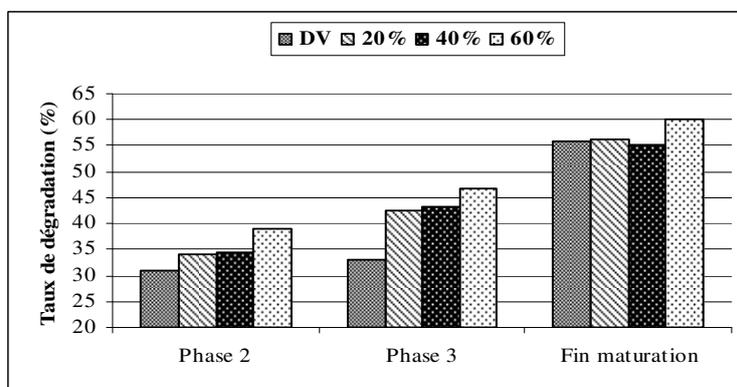


Figure 56 Mesures des taux de dégradation de la matière au cours du compostage

Il apparaît que les taux de dégradation durant les phases 2 et 3 sont toujours proches, même si en toute logique, ces taux sont légèrement supérieurs en phases 3. Pour chacune de ces deux phases, la dégradation est de plus en plus importante lorsque la concentration en graisse dans le mélange augmente. En fin de maturation, les taux sont stables pour les essais avec 20% et 30% de gâteaux de filtration ainsi que pour l'essai témoin (DV). Il semble que les graisses, plus facilement assimilables que les DV, sont presque totalement digérées avant la phase de maturation. En revanche, l'essai avec 60% de gâteau enregistre un taux de dégradation supérieur aux autres pendant la maturation, la graisse ne devant pas être complètement dégradée lors de l'entrée en phase de maturation.

Pour les composts contenant des graisses, la dégradation est continue au cours des différentes phases contrairement aux déchets verts qui sont faiblement dégradés en phase 2 et 3 et fortement pendant la maturation. La disponibilité des graisses dans le mélange permet de maintenir une activité constante de la microflore.

Le rapport C/N des quatre essais a été mesuré lors des différentes phases du compostage, ce suivi est présenté en Figure 57. Les teneurs en carbone et azote sont déterminées à partir des analyses élémentaires, l'azote étant représenté par l'azote organique total. Cette teneur en azote est légèrement supérieure à celle de l'azote Kjeldahl ce qui explique les rapports C/N plus faibles que ceux répertoriés dans la littérature cités entre 25 et 40 (Willson, 1989; Leclerc, 2001; Sadaka & El.Taweel, 2003).

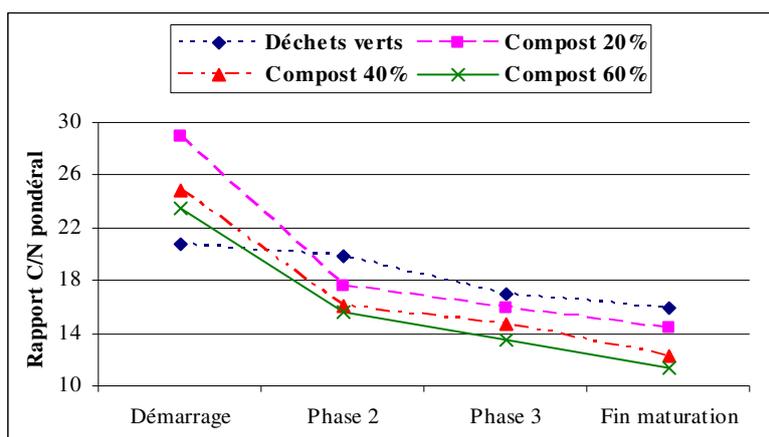


Figure 57 Evolution du rapport carbone sur azote des composts

Le rapport C/N diminue témoignant de la dégradation de la matière carbonée par les microorganismes, une partie de l'azote est utilisée pour la synthèse microbienne et par conséquent conservée en partie dans le métabolisme. Les valeurs de départ des C/N sont

supérieure pour les essais contenant des gâteaux de filtration par rapport aux DV, ce qui peut s'expliquer par une plus forte teneur en carbone apporté par les graisses.

Les DV seuls enregistrent une diminution faible mais régulière du rapport C/N au cours du compostage, la valeur de départ étant assez faible, cette diminution ne pouvait pas être très importante. Les essais à 20%, 40% et 60% subissent une forte baisse dans la phase thermophile très active. La diminution ralentie lors des phases suivantes beaucoup moins actives conduisant à une cinétique de dégradation similaire pour les quatre essais. Ce ralentissement d'activité peut être attribué à une diminution importante de la teneur en lipides qui constituent une forme de matière organique facilement assimilable.

2.1.2.4. Evolution du pH

Il est important d'évaluer la variation du pH pendant le compostage des lipides afin d'apprécier l'influence du caractère acide de ces composés sur le déroulement du processus. Ce suivi est repris Figure 58.

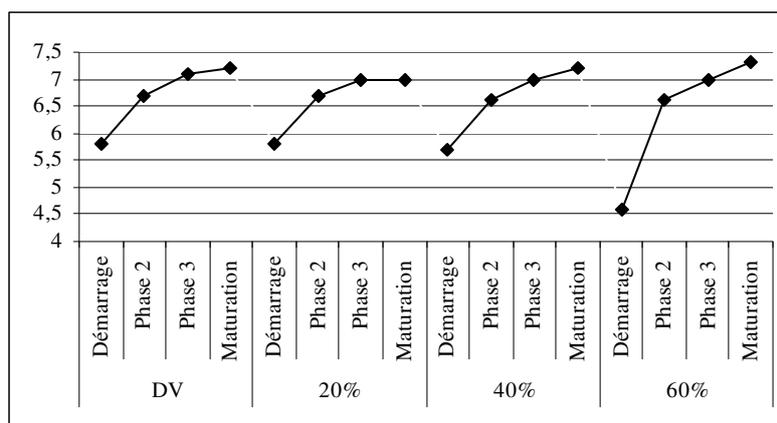


Figure 58 Relevés des pH des composts lors des différentes phases significatives du processus

Pour les quatre mélanges, le pH augmente au cours du compostage. Le compostage se traduit par une transformation des composés acides de la matière organique, il est donc normal de noter une baisse de l'acidité du compost. De plus les graisses, à caractère acide, sont également transformées au même titre que la matière organique des déchets verts. Après 4 semaines, tous les pH sont supérieurs à 7 et atteignent des valeurs comprises entre 7,2 et 7,4 après 12 semaines. Ces résultats sont conformes à la littérature, en effet, plusieurs études ont montré que les composts soumis à de bonnes conditions d'oxygénation ont des pH qui atteignent rapidement des valeurs voisines de 7,5 à 8 (Michel & Reddy, 1998) ; (Eklind &

Kirchmann ,2000b; Sanchez-Monedero et al., 2001). Aucune acidification du milieu en début de procédé n'est apparu contrairement aux résultats rapportés lors de travaux précédents (Forster et al., 1993). Cette phase d'acidogène est très courte et par conséquent difficile à analyser. Cependant, une acidification du milieu aurait pu être attribuée à une oxydation incomplète de la matière organique conduisant à la production d'acides gras organiques en conditions anaérobies. Cela confirme que notre essai s'est déroulé dans des conditions satisfaisantes d'aération. Les valeurs de départ enregistrées montrent une plus forte acidité dans le compost contenant 60% de graisses, ce qui peut être attribué au caractère acide des lipides.

2.2. Analyse et suivi des lipides au cours du processus

L'intérêt de cette étude est de déterminer comment sont assimilés les lipides, prioritairement sous forme d'acide gras libre (AGL) ou de triglycérides (TG).

2.2.1. Aspect quantitatif des lipides

L'analyse quantitative des lipides au cours du compostage permet de fixer les limites du procédé. Il est important que tous les lipides soient dégradés pour assurer une bonne maturité du compost final. Plus les lipides sont transformés rapidement et plus le procédé est optimisé. Pour cette étude, des composts contenant 20%, 30% et 40% en masse de gâteaux de filtration (GF) ont été analysés. L'essai à 60% n'a pas été repris, ce taux est difficile à mettre en œuvre du fait de son tassement important qui induit une phase thermophile courte et son assèchement plus important que les autres essais. Les mélanges ont une teneur en lipides comme suit :

- Le compost à 20% de GF contient 7% de graisse par rapport à la MS
- Le compost à 30% de GF contient 10% de graisse par rapport à la MS
- Le compost à 40% de GF contient 13% de graisse par rapport à la MS

Les mesures quantitatives des AGL et TG sont représentées sur la Figure 59.

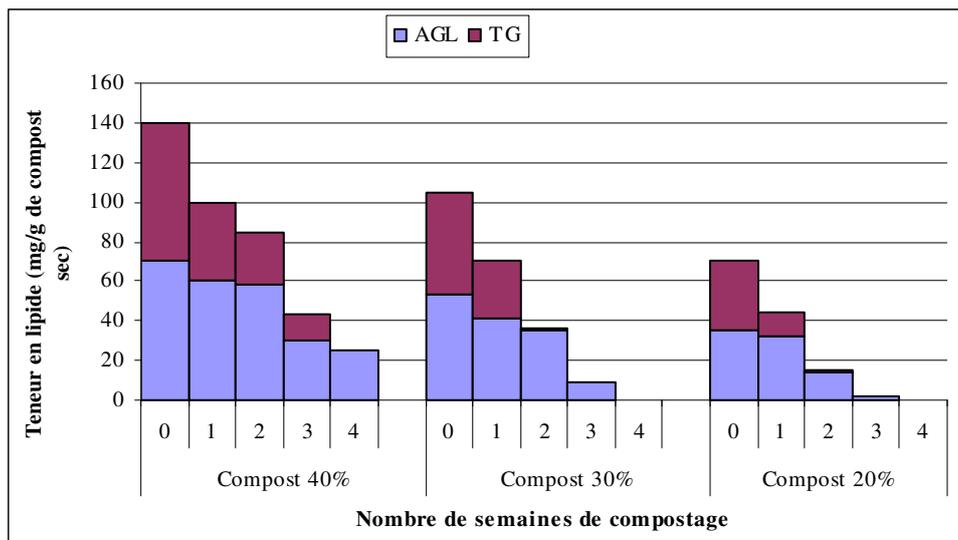


Figure 59 Evolution de la teneur en acides gras libres (AGL) et triglycérides (TG) au cours du compostage des mélanges

On constate que 93% des AGL du compost à 20% sont transformés en 3 semaines, 82% dans le même temps pour le compost à 30% et seulement 58% pour le compost à 40%. Après 4 semaines, 68% des AGL du compost à 40% sont transformés.

La cinétique de dégradation des AGL et des TG reste cependant très proche pour les différents composts. Le taux de lipides additionné au mélange n'a donc pas de forte influence sur les performances du compostage, le processus n'est pas ralenti. Après trois semaines de compostage, environ 40 mg d'AGL et 50 mg de TG par gramme de compost sec sont dégradés pour les différents essais. Les TG sont plus facilement transformés, la quasi totalité ayant disparue en 2 semaines pour les composts à 20% et 30%, quatre semaines sont nécessaires pour le compost à 40%. Les triglycérides sont prioritairement hydrolysés par les micro-organismes qui attaquent ensuite les AGL libérés.

Les teneurs en acide gras totaux (TG + AGL), diminuent considérablement dans les premières semaines, 97% et 92% sont transformés en trois semaines respectivement pour les composts à 20% et 30%. Pour les différents composts, la vitesse de dégradation des lipides est identique. Durant les trois premières semaines, 70% des AGT du compost à 40% sont transformés contre 82% en 4 semaines. Le processus est donc prolongé lorsque la quantité de graisse dépasse 30%. En terme de quantité de graisses dégradée au cours du temps, jusqu'à 110 mg de lipides /g de compost, la dégradation est totale en trois semaines. Pour 140 mg/g, on note toujours la présence de 20 mg/g après quatre semaines. La limite de dégradation des

lipides en quatre semaines peut être fixée à 120 mg/g de compost. Dans notre cas d'étude, cette limite correspond à un compost contenant 30% de gâteaux de filtration.

Le compost à 20% enregistre une dégradation régulière des TG et des AGL. Cependant, pour les composts à 30% et 40% ce phénomène est plus nuancé, les TG sont fortement hydrolysés lors des deux premières semaines favorisant la teneur en AGL qui ne baisse que faiblement. Durant ces deux semaines, les AGL subissent une oxydation moins importante. L'augmentation de la quantité de graisse dans le mélange favorise les réactions d'hydrolyse par rapport à l'oxydation des chaînes carbonées. Ce phénomène peut être mis en corrélation avec l'enregistrement des montées en température des composts présentés en Figure 60.

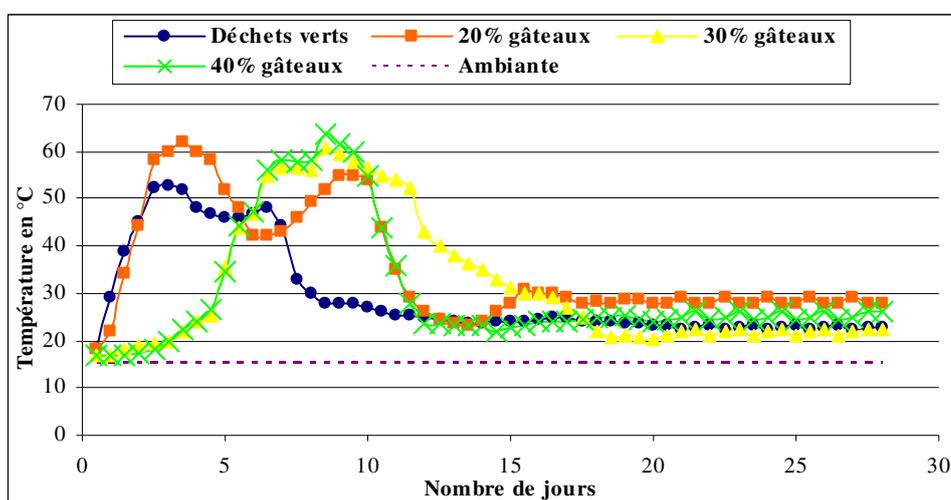


Figure 60 Relevés des températures pour différents composts en réacteurs.

Les composts à 30% et 40% montent en température une semaine plus tard que pour l'essai à 20% ou le témoin avec DV. Les composts 30% et 40% ont un profil de température similaire avec une phase thermophile plus courte pour le 40%, 4 jours pour ce dernier contre 5 pour l'essai à 30% et 8 jours pour l'essai à 20%. L'essai témoin est maintenu en phase thermophile pendant 5 jours. Le suivi de la température montre que l'ajout de graisse influe sur l'activité microbienne qui se traduit par une montée en température. Ces mesures permettent de constater qu'un taux de graisse de 20% assure le maintien d'une activité importante plus durable qu'un essai contenant soit plus soit moins de graisses.

2.2.2. Aspect qualitatif des lipides

Le suivi de la composition des lipides au cours du compostage permet d'évaluer le comportement moyen des chaînes d'acides gras saturés et insaturés et leurs mécanismes de dégradation. Cette moyenne est obtenue à partir des analyses effectuées sur les différents mélanges, contenant 20%, 30% et 40% en masse de gâteaux de filtration. Les moyennes des analyses de ces chaînes d'acides gras libres et totaux mesurées chaque semaine (S0, S1, S2 et S3) pour les différents composts sont reportées dans la Figure 61 et la Figure 62.

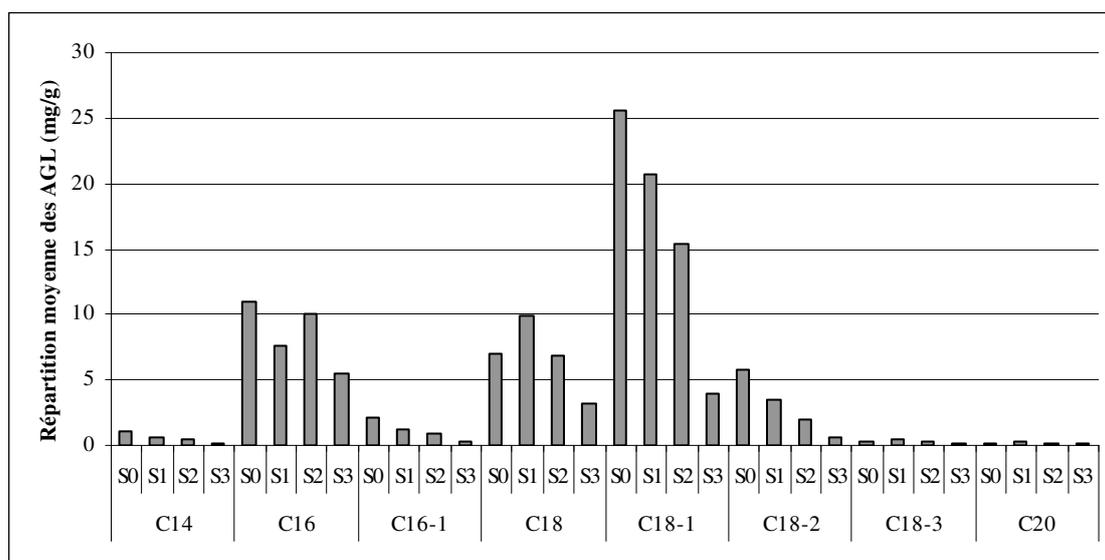


Figure 61 Evolution moyenne des chaînes d'acides gras libres lors du compostage

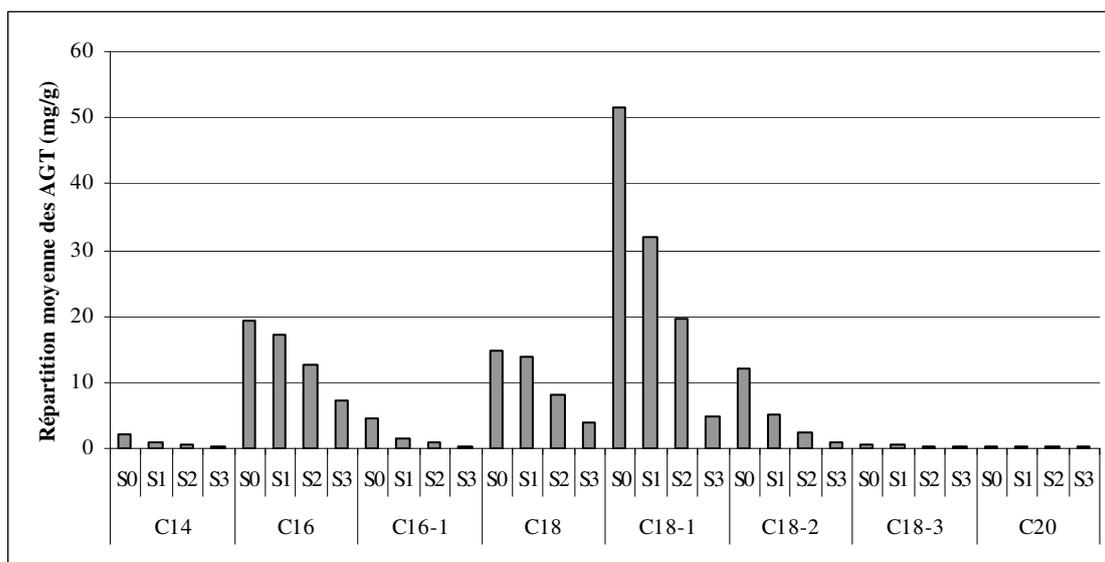


Figure 62 Evolution moyenne des chaînes d'acides gras totaux lors du compostage

Les analyses des AGL et AGT montrent que quatre acides gras sont majoritairement présents dans les lipides utilisés pour le compostage. Plus de 93% des acides gras sont de types C16, C18, C18-1 et C18-2. Ces données sont conformes à la littérature (Schmitz & Bresson, 1994). Les Figure 63 et Figure 64 apportent des précisions sur l'évolution des quatre chaînes d'acides gras principalement représentées dans les lipides.

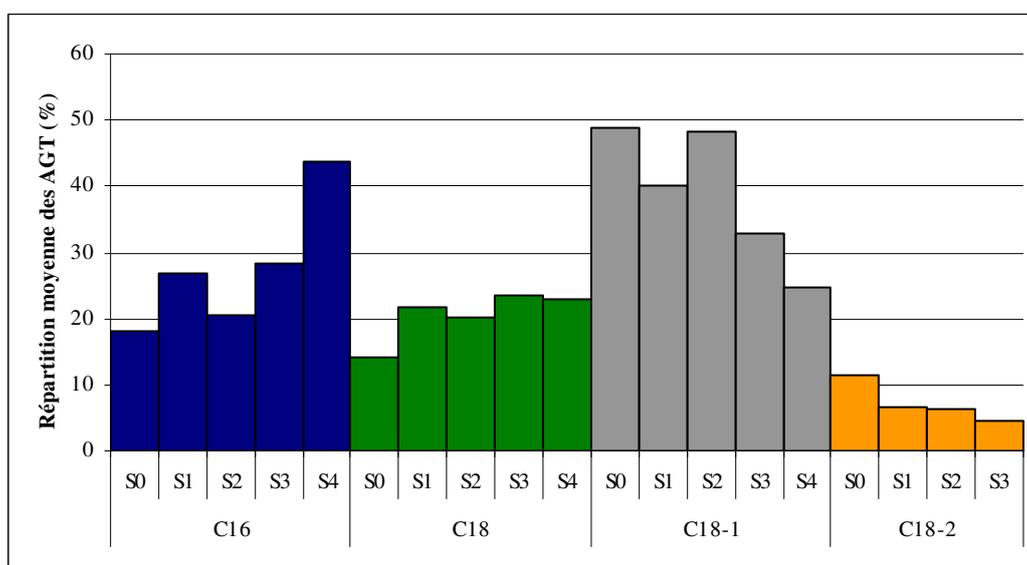


Figure 63 Evolution moyenne des principales chaînes d'acides gras : répartition en pourcentage

L'analyse de la répartition en pourcentage des chaînes d'acides gras montrent que la proportion des chaînes insaturées, C18-1 et C18-2 diminue au cours du compostage contrairement aux chaînes saturées C16 et C18. La dégradation des lipides intervient donc en priorité sur les acides gras insaturés favorisant ainsi la proportion des acides gras saturés. En effet, si la transformation de tous les acides gras se faisait de façon non sélective, les teneurs seraient constantes au cours du temps et si les acides gras saturés étaient transformés en priorité, la teneur en acides gras insaturés augmenterait.

La Figure 64, qui reprend les quatre acides gras majoritaires, en terme de répartition massique, montre que la quantité de ces acides gras saturés et insaturés diminue au cours du compostage mais avec des vitesses différentes. La vitesse de dégradation des insaturés est plus importante que les saturés notamment pour les chaînes à 18 carbones.

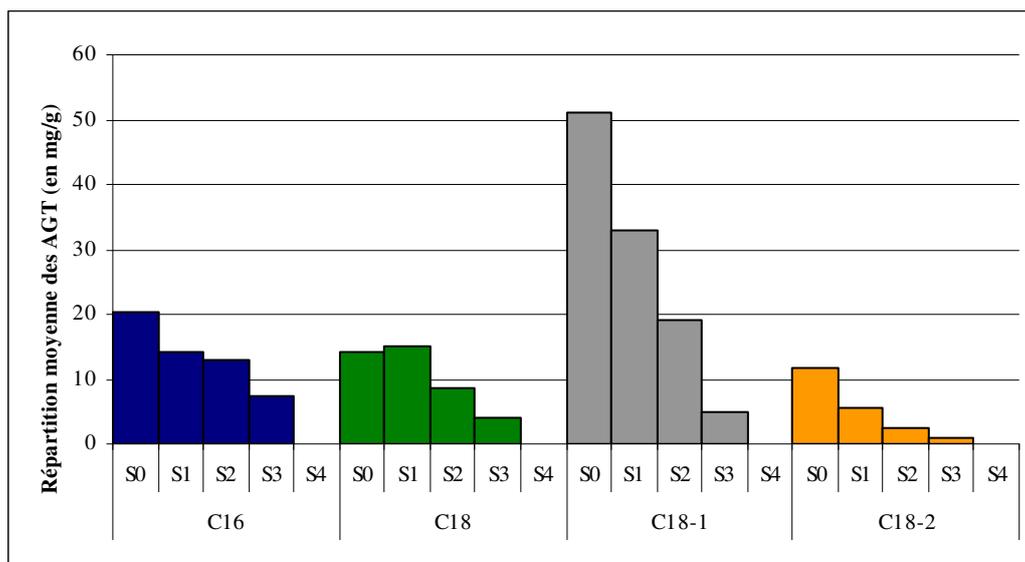


Figure 64 Evolution moyenne des principales chaînes d'acides gras : répartition massique

Des précisions sont apportées sur la Figure 65 portant sur les évolutions de transformation des AGL.

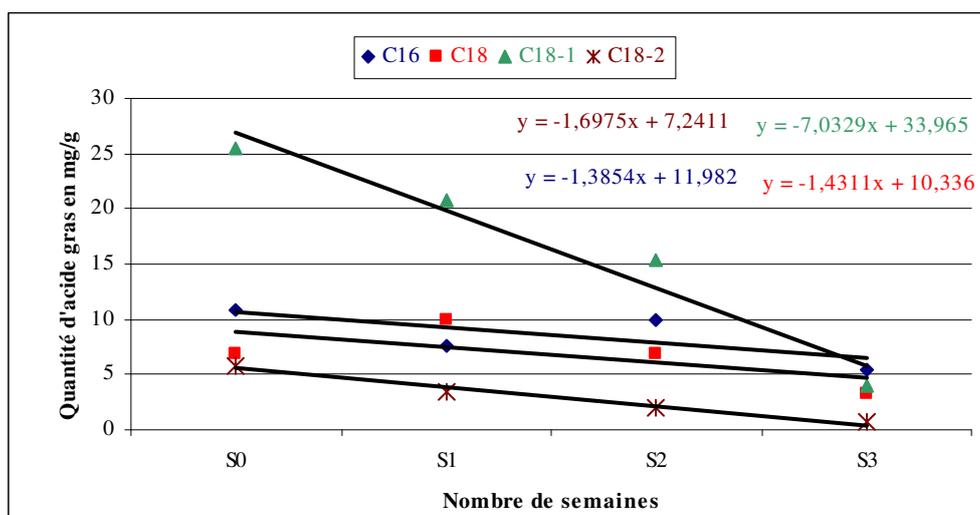


Figure 65 Evaluation de la transformation des AGL au cours du temps

D'après les pentes des courbes de tendances, Les diminutions des teneurs en chaînes C18-1 et C18-2 sont respectivement de -7 et -1,7. La vitesse de diminution de la teneur en C16 est de -1,4 et celle des C18 est de -1,4. En tenant compte des conclusions de l'analyse quantitative ayant montré que la teneur en acides gras diminue au cours du compostage, ces remarques confirment l'hypothèse que les acides gras insaturés sont transformés plus rapidement que les acides gras saturés. La Figure 66 représentant l'évolution des proportions en AGT permettant de constater une tendance similaire aux AGL.

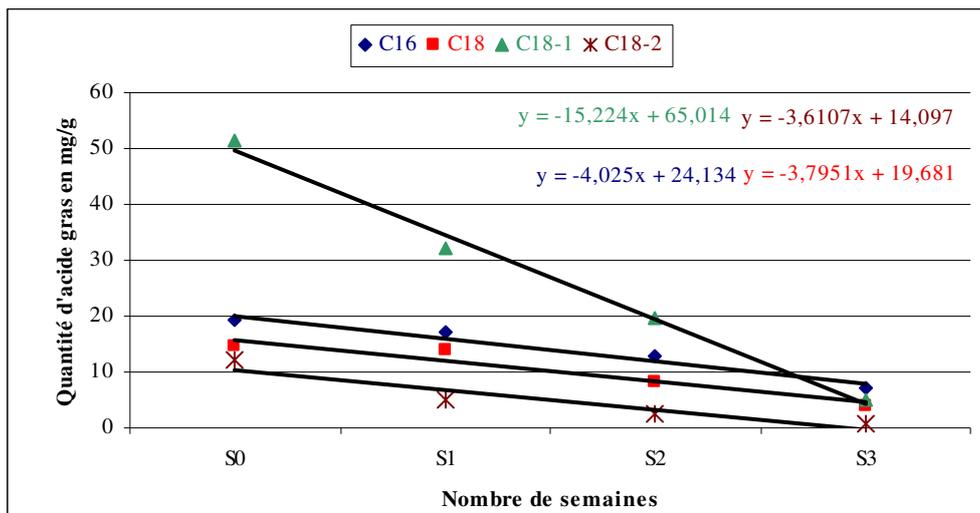


Figure 66 Evaluation de la transformation des AGT au cours du temps

La somme des pentes des acides gras saturés proche de -7,8 est inférieure à celle des acides gras insaturés équivalent à -19. Comme nous l'avons constaté précédemment avec la Figure 65, les TG sont plus rapidement transformés que les AGL.

2.3. Etudes des réactions stoechiométriques de l'évolution du compost

2.3.1. Evolution de la structure élémentaire au cours du processus de compostage

Cette partie est consacrée au suivi des éléments atomiques majeurs contenus dans la matière organique soit le carbone, l'hydrogène, l'azote et l'oxygène. Leurs évolutions témoignent de la transformation de la matière organique mais surtout renseignent plus précisément sur les composés qui sont mis en jeu au cours des phases de compostage.

L'évolution des principaux éléments constituant la matière organique est conforme aux constatations faites à partir de l'évaluation du taux de dégradation. Comme la Figure 67 le montre, la matière organique des déchets verts évolue pendant la phase thermophile puis celle de maturation avec une stabilisation de la matière pendant la phase thermophile.

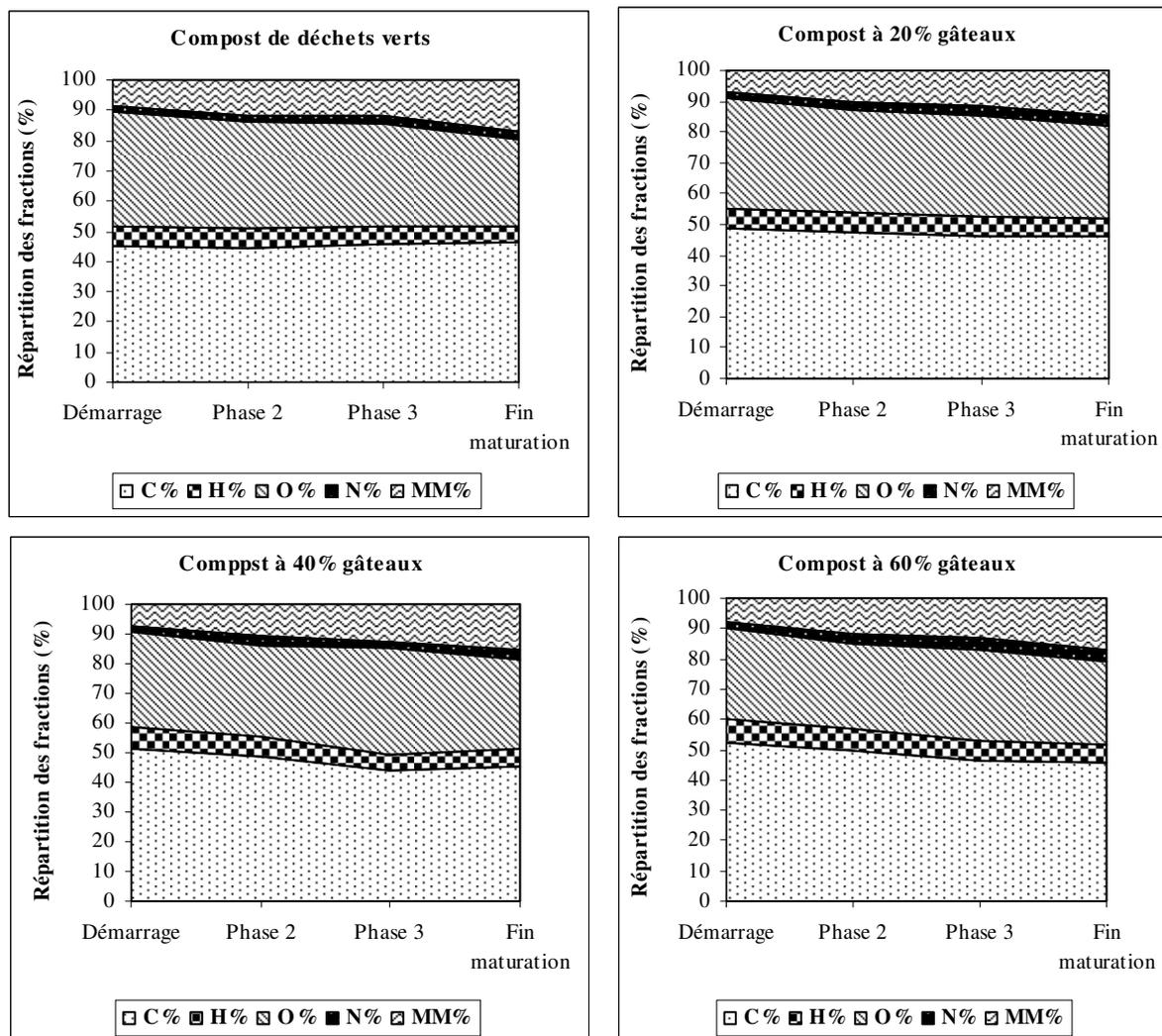


Figure 67 Evolution des éléments majeurs et de la matière minérale des composts au cours des principales phases du processus.

Les profils des courbes d'évolution des éléments pour les quatre composts sont très proches, la composition élémentaire est peu modifiée au cours du compostage. Les composés dégradés et formés lors du compostage sont proches quelque soit la quantité de graisse introduite au substrat de départ. Les essais en présence de gâteaux de filtration sont plus réguliers avec toujours la forte baisse en phase thermophile puis une atténuation de cette baisse dans les autres phases. Ces analyses confirment qu'il existe des phases plus actives que d'autres pour la transformation de la matière. D'après la Figure 68, on peut observer que la fraction restante, quelque soit l'élément considéré, est toujours supérieure à la fraction disparue.

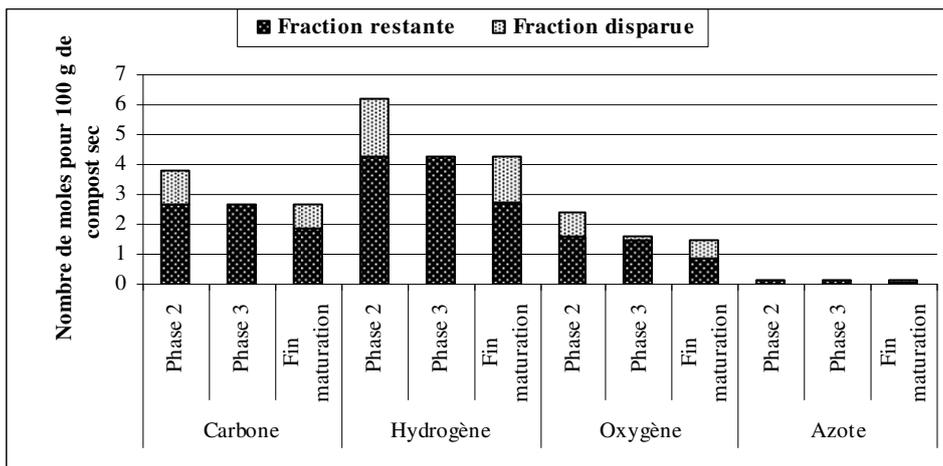


Figure 68 Répartition des éléments entre la fraction disparue et restante pour le compost de déchets verts

Lors de la phase de refroidissement (phase 3), la fraction disparue est quasiment nulle pour les quatre éléments, la matière carbonée et azotée n'est pas éliminée mais partiellement transformée en substances humiques. Pour les résultats sur les trois essais avec gâteaux de filtration de la Figure 69, Figure 70 et Figure 71, la fraction restante reste nettement plus importante que celle disparue pour tous les éléments.

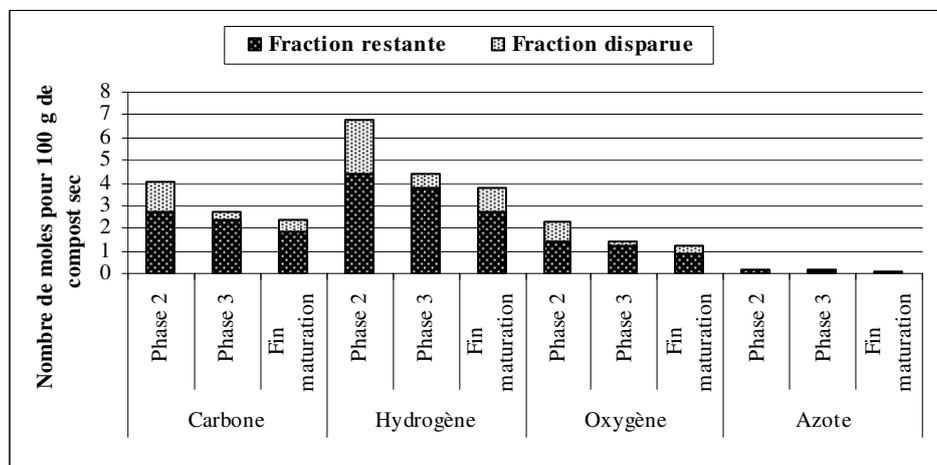


Figure 69 Répartition des éléments entre la fraction disparue et restante pour le compost de déchets verts avec 20 % de gâteau de filtration

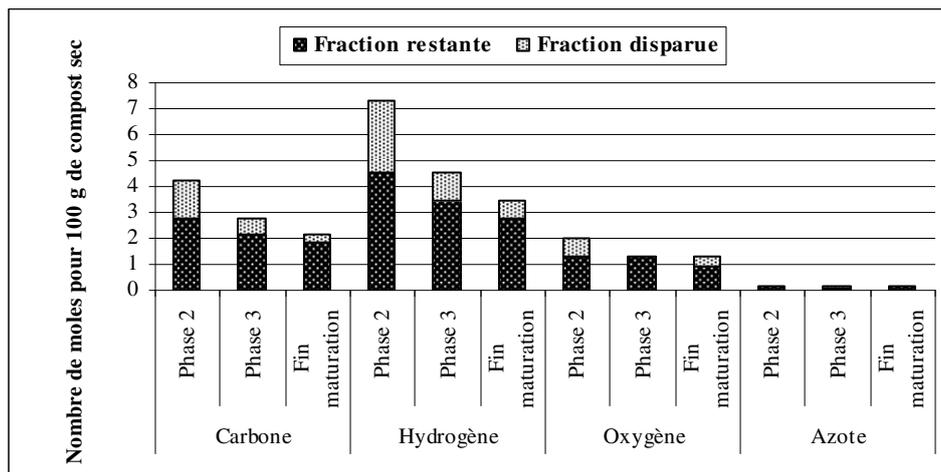


Figure 70 Répartition des éléments entre la fraction disparue et restante pour le compost de déchets verts avec 40 % de gâteau de filtration

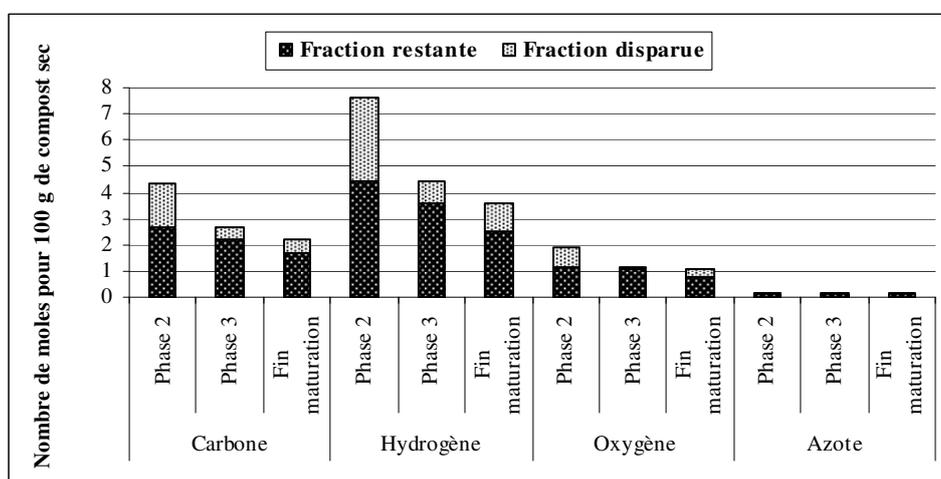


Figure 71 Répartition des éléments entre la fraction disparue et restante pour le compost de déchets verts avec 60 % de gâteau de filtration

Cependant, la disparition de matière est plus importante quand la quantité de gâteaux de filtration ajoutée augmente. L'exemple du carbone montre que la fraction disparue augmente avec la quantité de gâteaux de filtration ajoutée au mélange. Par rapport à l'essai sans graisse, la phase 3 de ces composts est plus active avec une fraction disparue plus marquée. Les graisses qui constituent des molécules facilement assimilables, permettent de maintenir une activité microbienne constante au cours des phases. L'augmentation de la quantité de graisse conduit à une dégradation de plus en plus active. Ces remarques sont en corrélation avec les observations faites à partir de l'évaluation des taux de dégradation de la matière organique présentés en Figure 56. La phase 3 est marquée par une activité limitée pour le compost de DV contrairement aux essais avec gâteaux de filtration.

La matière oxygénée n'est pratiquement pas dégradée en phase 3, contrairement aux autres phases. Cette remarque suggère que ce ne sont pas les mêmes composés qui sont dégradés et formés durant les différentes phases du processus. Le carbone et l'hydrogène, éléments majoritaires des lipides, sont transformés lors de cette phase 3, on peut supposer que ces composés, encore présents dans le mélange, sont toujours assimilés par les micro-organismes.

2.3.2. Analyse des groupements atomiques fictifs

Les groupements atomiques fictifs (GAF) représentent une fraction de molécules présentes dans la matière organique. Chaque molécule contient une proportion théorique variable de ces GAF (exemple de la cellulose et de la lignine en Tableau 19). Le suivi de ces GAF permet d'estimer l'évolution des composés organiques présents au cours des principales phases.

2.3.2.1. Evolution de l'aromaticité des composés organiques

L'aromaticité des composés est liée à la quantité de carbone isolé C_{sec} , plus cette quantité est importante et plus la fraction de composés aromatiques est importante (Tardy et al., 2000). Cette quantité de carbone isolé est rapportée à la teneur en carbone totale (C_t) comme en Figure 72.

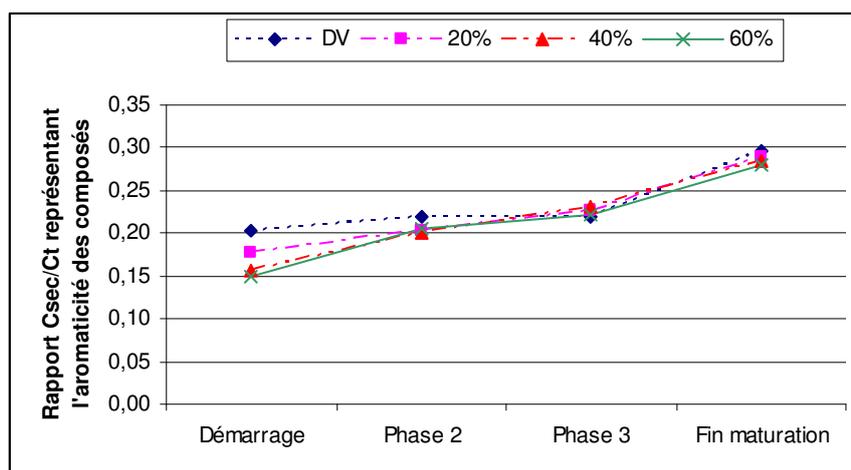


Figure 72 Evolution de l'aromaticité des composés par la mesure du carbone isolé C_{sec} .

Cette figure permet de constater que plus la quantité de graisse de départ est importante, moins le substrat contient de substances aromatiques. Cette différence peut être attribuée aux lipides qui ne sont pas des composés aromatiques. Lors de la phase thermophile,

l'aromaticité des quatre composts augmente pour atteindre des valeurs identiques en fin de phase 3. Ces valeurs proches entre les DV et les mélanges avec des graisses peuvent témoigner d'une dégradation importante des lipides qui ont alors quasiment disparus.

L'augmentation de cette aromaticité intervient également en phase de maturation. En phase de pré-humification, l'évolution ralentit ce qui peut être attribuée à la simultanéité de la dégradation des composés aromatiques mais aussi la formation d'autres composés aromatiques par des remaniements biochimiques du type $\text{CH}_2\text{O} \rightarrow \text{Csec} + \text{H}_2\text{O}$ et/ou $\text{CH}_2 + \text{O} \rightarrow \text{Csec} + \text{H}_2\text{O}$. Ces réactions sont dues à une dégradation de la fraction glucidique et aliphatique avec formation de cycles aromatiques.

Les valeurs du rapport Csec/Ct de la cellulose et de la lignine sont respectivement de 0,167 et 0,418. Au départ, les rapports sont plus proches de celui de la cellulose puis ces valeurs augmentent en faveur de la lignine, ce qui conduit à penser que la cellulose est dégradée plus rapidement que la lignine.

2.3.2.2. Rapport entre les GAF

Le dosage des éléments atomiques majoritaires au cours du compostage permet d'une part d'évaluer l'état d'oxydation de la matière et d'autre part d'observer si les composés formés ou dégradés sont réduits ou oxydés. L'évolution de cet état dans les différentes fractions est présentée en Figure 73. Les valeurs négatives indiquent un état réduit alors que les positives témoignent de la présence de composés oxydés.

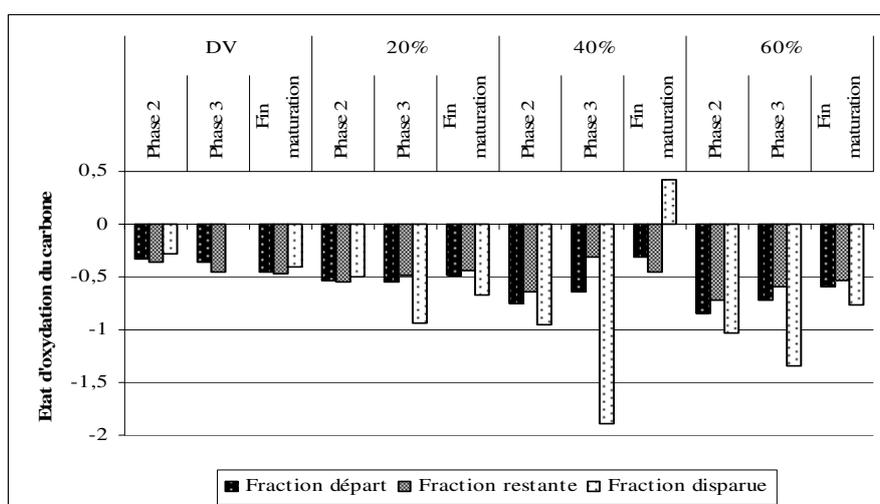


Figure 73 Evolution de l'indice de l'état d'oxydation de la matière dans les trois fractions composant les différentes étapes du procédé de compostage.

Dans la plupart des cas, l'indice de l'état d'oxydation du carbone I_{ox} de la fraction disparue est plus faible que celui de la fraction restante et la fraction de départ. Les composés dégradés en priorité sont plus réduits ce qui correspond à ceux dont l'oxydation libère le plus d'énergie en accord avec les résultats de Karroum et al., (2004) et Stevenson (1982).

Cependant quelques exceptions apparaissent comme lors des phases du compostage de DV, la phase 2 du compost à 20% et la phase de maturation du compost à 40%. En condition anaérobie, les composés les plus oxygénés disparaissent car ce sont ceux contenant de l'oxygène pouvant contré la pénurie d'oxygène gazeux. Cela suppose que l'aération ou l'homogénéisation n'était pas suffisante ce qui à entraîner la création d'un processus anaérobie de dégradation de la matière plus ou moins localement.

La Figure 74 présente l'évolution de l'indice de l'état d'oxydation du carbone dans la fraction restante au cours du compostage.

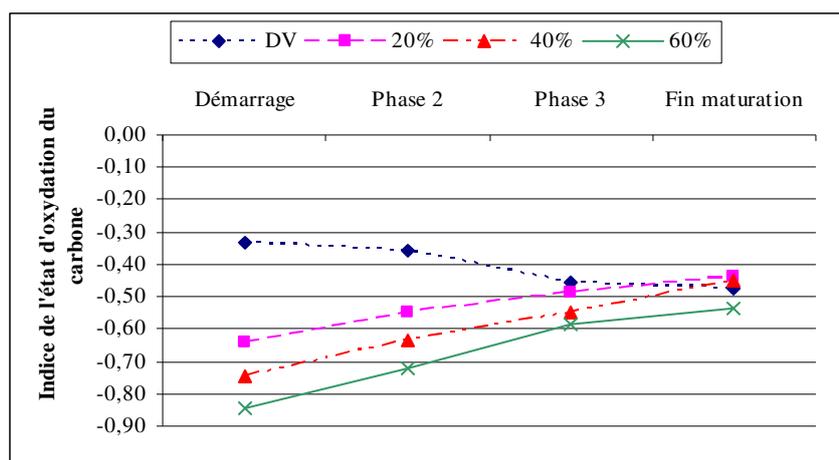


Figure 74 Evolution de l'indice de l'état d'oxydation du carbone pour les différents composts.

L'indice de l'état d'oxydation évolue selon la composition du mélange, cet indice montre que la matière organique est sous forme plutôt réduite lorsque la quantité de graisse au départ augmente, cet état réduit provient des groupements CH_2 composant les chaînes carbonées des lipides. L'évolution de l'état réduit des mélanges peut être attribué à l'oxydation des chaînes carbonées des lipides par dégradation des groupements CH_2 accompagnés d'un dégagement de CO_2 . L'essai avec déchets verts seuls montre une évolution du carbone différente des essais avec graisses, la matière organique contenue dans les déchets verts prend des formes de plus en plus réduites. Le compostage étant caractérisé par un

processus de minéralisation par oxydation de la matière organique, cette évolution vers un état plus réducteur est peu courante, elle peut être attribuée à un transfert d'air insuffisant pour maintenir une oxydation de la matière organique par l'oxygène de l'air.

Lors des trois premières phases, la variation est régulière puis les pentes diminuent en phase de maturation ce qui peut s'expliquer par la forte diminution de l'activité dégradatrice. Les équations des droites réalisées avec les trois premières phases permettent d'évaluer les vitesses d'évolution du carbone :

- $I_{ox} (DV) = -0,0662 t - 0,2604$
- $I_{ox} (20\%) = 0,0212 t - 0,5641$
- $I_{ox} (40\%) = 0,0991 t - 0,842$
- $I_{ox} (60\%) = 0,1271 t - 0,9702$

Avec t représentant l'avancement du processus de compostage.

Les valeurs des pentes montrent que l'oxydation des composés organiques est proportionnelle à la teneur en graisse du compost. La pente est plus faible pour l'essai à 20%, la réduction de la matière organique des DV est compensée par l'oxydation des composés plus oxydés des composts avec graisses. En fin de maturation, les composts étudiés ont formés de composés ayant un état d'oxydation identique et ce quelque soit le teneur en graisse de départ.

Ces valeurs peuvent être comparées à celles attribuées à la cellulose (indice 0) et la lignine (indice -0,521) présentées dans le Tableau 19. La transformation des déchets verts conduit à un indice d'oxydation proche de celui de la lignine, ce qui correspond à dégradation prioritaire de la cellulose. Pour les composts contenant des graisses, la déduction est identique, les valeurs d'indice sont proches de celles de la lignine jusqu'à la phase de maturation témoignant d'une dégradation plus importante de la cellulose.

L'évaluation de l'état d'hydratation de la matière carbonnée au cours du compostage est réalisée par le suivi du rapport CH_2O sur carbone total Ct. Cet indice se distingue de l'humidité du compost par une notion de fixation d'un hydrogène et d'un hydracide (H_2O) sur le carbone. Dans la Figure 75, la comparaison des valeurs obtenues pour les différents

composts permet de constater que l'hydratation du compost de départ diminue avec la quantité de graisse, cette tendance s'atténue au cours des phases suivantes.

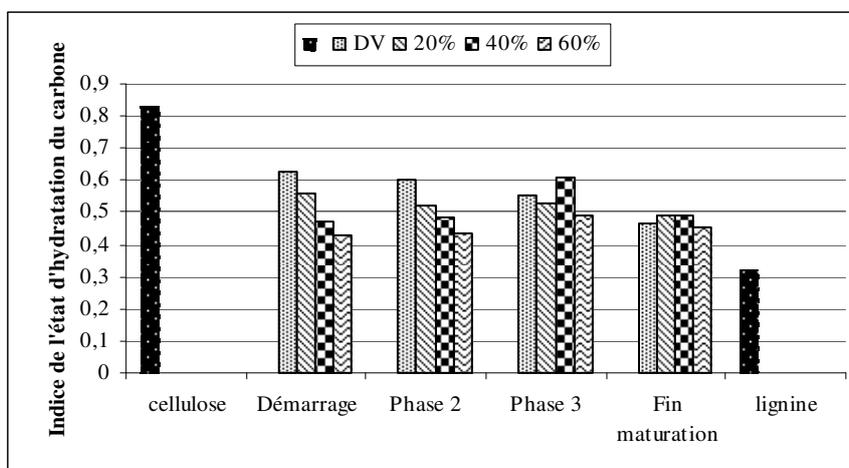


Figure 75 Suivi de l'indice de l'état d'hydratation du carbone par l'évaluation du rapport CH_2O/Ct .

Les indices pour le compost de déchets verts évoluent vers des valeurs proches de la lignine au cours du compostage ce qui impliquerait que la cellulose soit dégradée en priorité ou plus rapidement. Pour les composts contenant des graisses, l'effet est beaucoup moins marqué, le rapport reste stable avec des valeurs situées entre celles de la cellulose et de la lignine. Dans ce cas, la dégradation de la cellulose n'est pas mise en évidence.

Les rapports $CH_2O/Csec$ représentés en Figure 76 montrent des valeurs situées entre celle de la cellulose et de la lignine pour les substrats de départ.

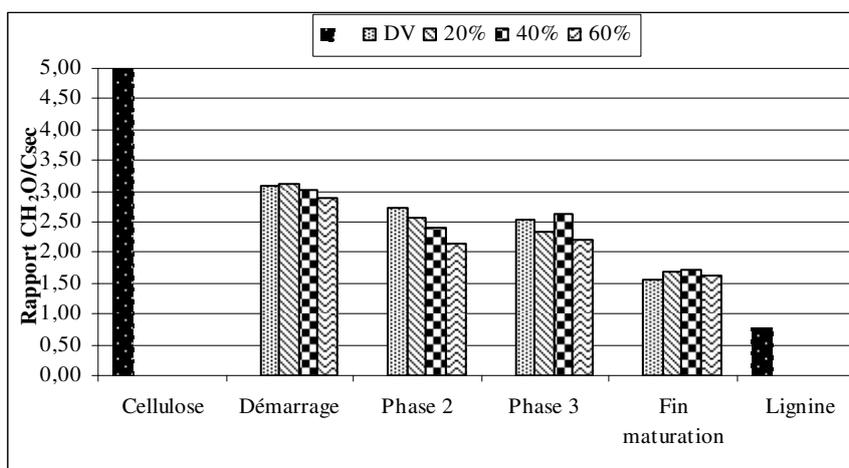


Figure 76 Suivi du rapport $CH_2O/Csec$ des composts en comparaison avec les valeurs de la lignine et de la cellulose.

Jusqu'en phase 3, les valeurs se rapprochent légèrement de celle de la lignine. En fin de maturation, les rapports atteignent des valeurs proches de la lignine. Le phénomène de dégradation prioritaire de la cellulose est constaté par l'évolution de ce rapport.

2.3.2.3. Répartition des GAF dans les différentes fractions

Les proportions des GAF évoluent au cours du compostage, les microorganismes participent à la dégradation de composés organiques mais également à la synthèse d'autres composés. Cette activité agit directement sur la répartition des GAF au cours du compostage et suivant la composition du substrat, l'évolution est différente. Cette répartition des GAF est représentée sur la Figure 77. Les CH_2O représentent l'essentiel de la cellulose et pour un tiers de la lignine, les Csec sont surtout présents dans la lignine (le cinquième de la cellulose) et les CH_2 constituent les chaînes latérales de la lignine.

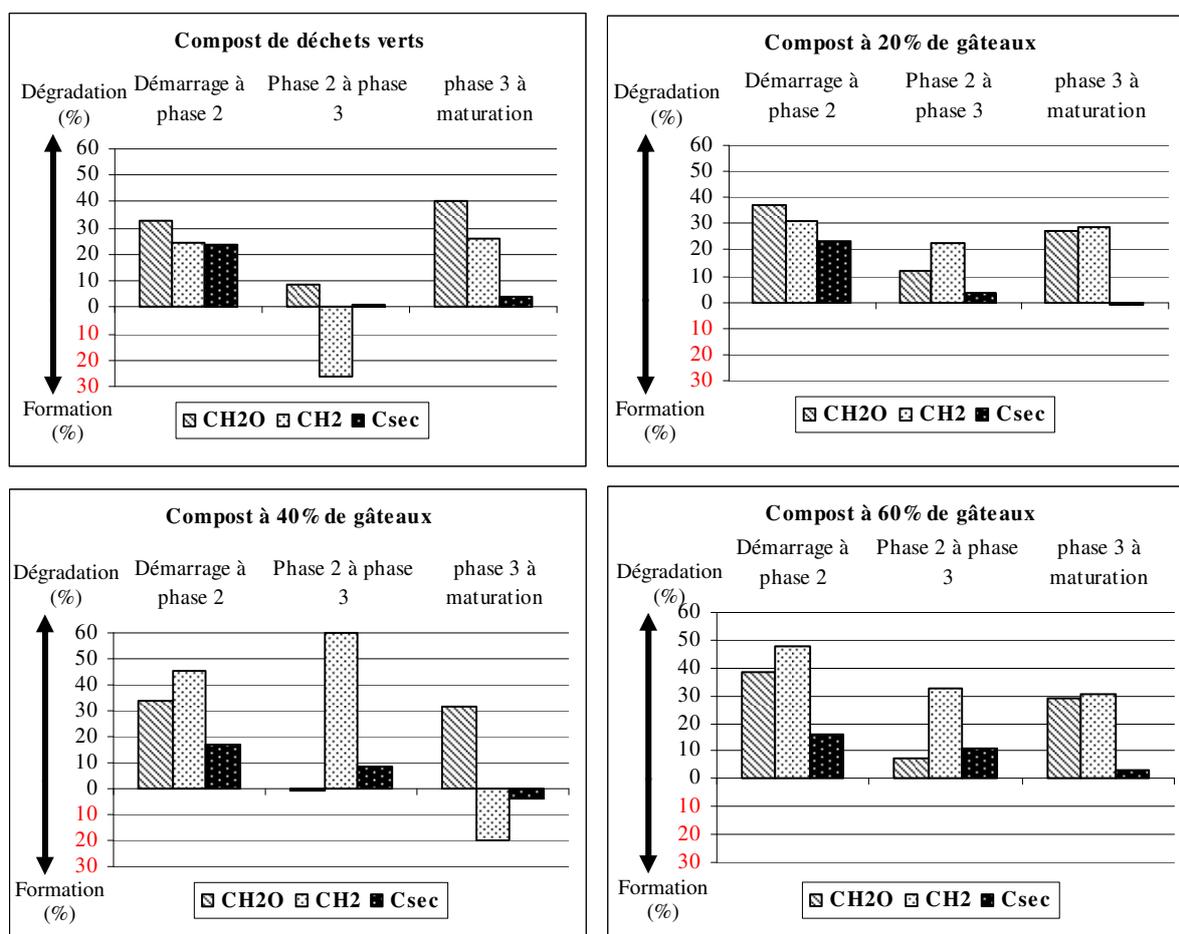


Figure 77 Pourcentage de dégradation et de formation des différents groupements atomiques fictifs entre deux étapes du procédé.

Dans le compost de déchets verts :

- En phase thermophile, 32% des CH_2O , 24% des Csec et 24% des CH_2 sont dégradés indiquant la dégradation simultanée de la cellulose et de la lignine.
- Une faible part de CH_2O est dégradée en phase de refroidissement (8%) attribué à l'attaque de la cellulose. Les CH_2 augmentent suite à un remaniement des formes de carbone par les réactions $\text{CH}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_2 + \text{O}$ et/ou $\text{Csec} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_2 + \text{O}$.
- En phase de maturation, l'essentiel de la dégradation intervient sur les CH_2O (40%) et les CH_2 (25%) indiquant une attaque de la cellulose et les chaînes latérales de la lignine.

Dans le compost à 20% :

- Lors de la phase thermophile, la cellulose, la lignine et les lipides sont dégradées simultanément (37% de CH_2O , 31% de CH_2 et 24% de Csec).
- En phase de refroidissement, Csec n'est plus attaqué mais 23% de CH_2 et 12% de CH_2O sont dégradés. Les structures aromatiques de la lignine résistent mais ses chaînes latérales sont principalement dégradées.
- La phase de maturation s'organise autour de la dégradation de la cellulose et des chaînes latérales de la lignine de façon simultanée (27% de CH_2O et 29% de CH_2).

Dans le compost à 40% :

- La dégradation des CH_2O , CH_2 et Csec respectivement de 34%, 45% et 17%, en phase thermophile ce qui correspond à une destruction simultanée de la cellulose, de la lignine et des lipides.
- En phase de refroidissement ce sont essentiellement les chaînes latérales de la lignine qui sont dégradées avec 60% de CH_2 disparue.
- En phase de maturation, on assiste à la dégradation de 30% des CH_2O et des remaniements qui conduisent à la formation de 20% de CH_2 , il y a donc dégradation prioritaire de la cellulose sur cette phase.

Pour le compost à 60%

- En phase thermophile les CH_2O , CH_2 et Csec sont dégradés respectivement à 38%, 48% et 16%, valeurs proches de l'essai précédent avec une transformation simultanée de la cellulose, de la lignine et des lipides.
- La phase de refroidissement conduit pour l'essentiellement à la destruction des chaînes latérales de lignine avec la disparition de 32% des CH_2 .
- En phase de maturation, les GAF CH_2O et CH_2 sont dégradés à hauteur de 29% et 30%, témoins de la dégradation simultanée des deux composés, ligneux et cellulosique.

Les résultats obtenus pour les différents composts sont synthétisés dans le tableau 21.

Tableau 21. Récapitulatifs des conclusions de dégradation de la cellulose et de la lignine des quatre essais.

	Composés principalement dégradés		
	Phase thermophile	Phase de refroidissement	Maturation
Déchets verts seuls	Cellulose/lignine	Cellulose	Cellulose/lignine
DV + 20% de gâteaux	Cellulose/lignine	Cellulose/lignine (CL)	Cellulose/lignine
DV + 40% de gâteaux	Cellulose/lignine	Lignine (CL)	Cellulose
DV + 60% de gâteaux	Cellulose/lignine	Lignine	Cellulose/lignine

CL correspond aux chaînes latérales

L'ensemble des essais montre que quelque soit la composition de départ du substrat, la cellulose et la lignine sont dégradées simultanément en phase thermophile en même temps que les lipides, mais avec une vitesse plus grande pour la cellulose. Puis en phase de refroidissement, la dégradation de la lignine devient prioritaire lorsque l'on augmente la quantité de graisse. En phase de maturation, la dégradation de la cellulose reste prédominante dans tous les procédés même si la lignine est attaquée simultanément, la différence vient de la vitesse de dégradation qui est plus grande avec la cellulose.

2.3.3. Conclusion de l'analyse physico-chimique du co-compostage

L'analyse élémentaire de la matière organique au cours du compostage a permis plusieurs constatations sur l'évolution des composés, dont :

- Une dégradation plus forte de la matière organique en augmentant la quantité de graisse introduite dans le substrat de départ.

- Une activité microbienne plus difficile lorsque la quantité de gâteaux de filtration dépasse 40% de la masse totale du substrat de départ. Une forte proportion en gâteaux de filtration induit sur le tassement du compost et donc sur son aération. Les retournements ont une influence sur la reprise d'activité même après plusieurs semaines de compostage.
- La cellulose et la lignine sont dégradées simultanément mais à des vitesses qui peuvent être très différentes, la cellulose étant souvent plus rapidement dégradée que la lignine.
- Lors du compostage de déchets verts seuls ou en mélange avec la graisse, une augmentation de l'aromaticité est observée lors de la phase thermophile et de la maturation.
- Une modification de l'indice de l'état d'oxydation du carbone au cours du compostage. Alors que l'indice d'oxydation des déchets verts diminue avec la dégradation, cette tendance s'inverse et s'accroît avec la quantité de graisse ajoutée.
- L'état d'oxydation du carbone renseigne sur les dysfonctionnements d'aération qui ont pu intervenir lors des différentes phases du processus de compostage.
- Le compostage est un phénomène bien connu de minéralisation de la matière organique avec formation de molécules humiques. Ainsi, les remaniements et synthèses de composés à partir de la phase de refroidissement et pendant la phase de maturation ont été observés.

2.4. Compost en andains

Les essais en réacteurs ont démontré l'influence de l'addition de matière grasse dans le substrat de départ du compost, cependant, nous avons pu voir qu'un ajout trop important pouvait avoir des conséquences sur l'exploitation. L'analyse des deux andains contenant des gâteaux de filtration et l'andain témoin constitué uniquement de déchets verts, montre l'évolution des composés organiques et leur transformation au cours du processus de compostage. Cette deuxième étape a pour but de valider le procédé à échelle industrielle. La Figure 78 présentent les résultats du suivi des paramètres chimiques des composts.

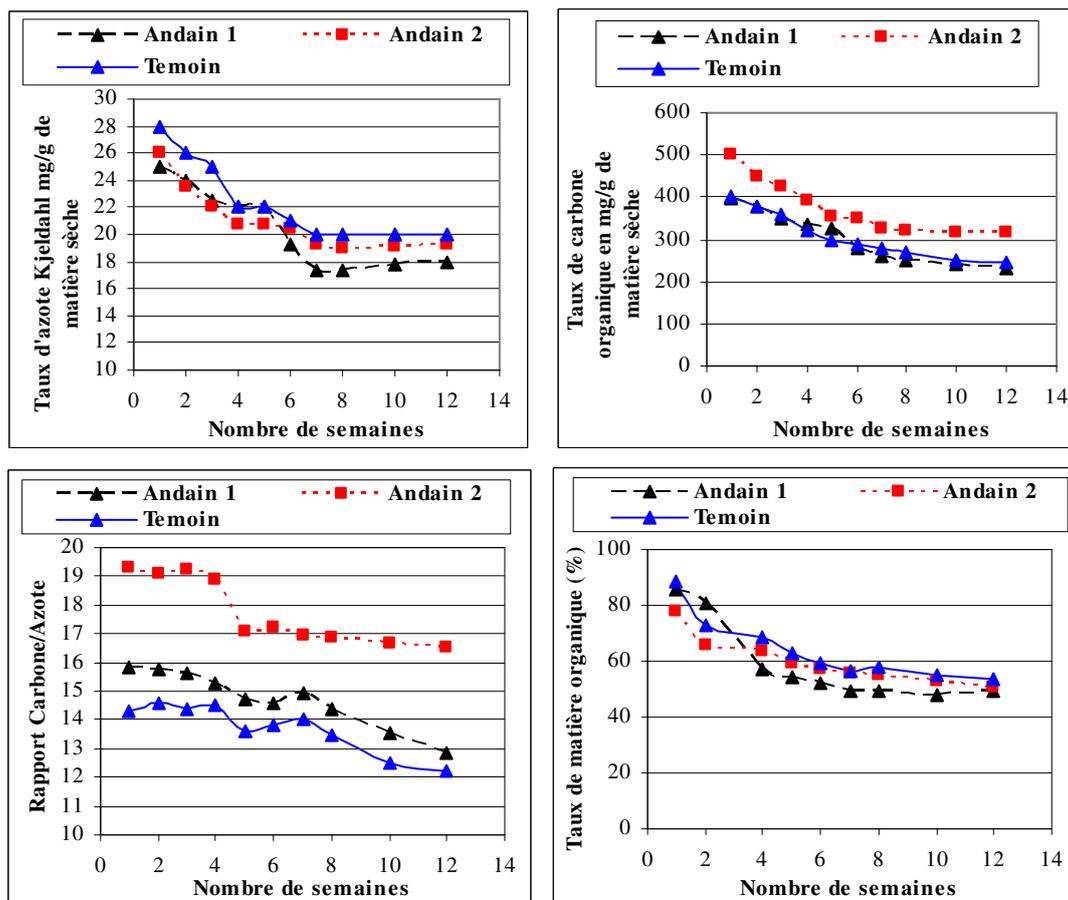


Figure 78 Suivis des paramètres chimiques des andains au cours des 12 semaines du processus.

La Figure 78 permet de voir que le taux d'azote de départ est sensiblement identique pour les trois andains, les valeurs sont assez fortes ce qui confère au compost des rapports C/N de départ assez faibles. Cette forte teneur en azote est probablement due à la date de prélèvement, au printemps où le substrat est plus riche en tonte de pelouse et en feuilles juvéniles. L'andain 2 contient nettement plus de carbone organique ce qui confère à celui-ci un rapport C/N de départ légèrement plus élevé, 19 contre 15 dans l'andain 1 et le témoin. Néanmoins, ces valeurs restent faibles pour une bonne dégradation en se basant sur les valeurs citées dans la bibliographie qui conseille un C/N proche de 35 (Willson ,1989; Leclerc ,2001; Sadaka & El.Taweel ,2003). Cependant, le suivi du carbone et de l'azote des andains montre une diminution de leurs teneurs pour les trois essais. La dégradation de l'andain 1 et du témoin est par ailleurs plus importante que l'andain 2. La diminution du carbone est de 42% pour l'andain 1 et 39% pour le témoin contre 37% dans l'andain 2. La baisse du taux d'azote est de 29% pour l'andain 1 et le témoin contre 26% dans l'andain 2. Dans ce type d'application, l'évaluation du rapport C/N de départ n'est donc pas un indicateur idéal pour

prédire le bon déroulement du compost. La minéralisation des deux andains contenant la graisse est importante témoignant d'une dégradation intense de la matière, les andains 1 et 2 enregistrent un taux de dégradation de la matière organique respectivement de 51% et 43%, l'andain témoin enregistre une dégradation un peu moins importante avec 40%. Ces valeurs sont nettement supérieures à celles enregistrée dans les réacteurs de laboratoire et ce quelque soit le taux de graisse ajouté. Cette remarque montre l'importance de l'effet de masse qui est moins présent en réacteur par rapport aux andains.

Le caractère hautement énergétique de la matière permet d'obtenir un bon déroulement du processus malgré des teneurs en éléments carbonés et azotés non optimaux. Le fait de rajouter plus de matière réactive ne permet pas d'obtenir une dégradation plus poussée de la matière organique, l'andain 2 ayant plus de graisse n'atteint pas des taux de dégradation supérieur à l'andain 1. Cette remarque est en accord avec les conclusions faites sur les composts en réacteur (2.1.2.3).

Le suivi de la température et les interventions de retournements (flèches) des andains pendant les 90 jours de compostage sont présentés en Figure 79.

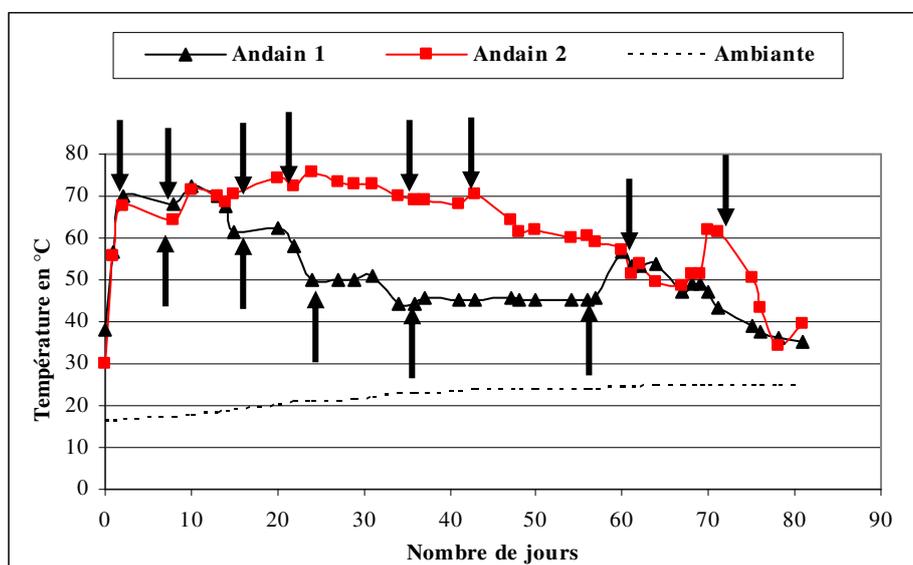


Figure 79 Relevés des températures moyennes des andains

L'augmentation de la quantité de graisse initiale induit une différence d'activité microbienne et de dégagement de chaleur. L'andain 2 est maintenu à une température supérieure à 60 °C pendant près de 55 jours contre 20 jours pour l'andain 1. De plus, au 70^{ème} jour, l'andain 2 subit une forte remontée des températures suite à une aération par

retournement, ceci peut s'expliquer par le fait que l'activité très intense subie par l'andain pendant 55 jours a créé des zones de sécheresse. Le mélange assurant une homogénéisation du substrat ainsi qu'une réhumidification ont permis de réactiver la biodégradation de la matière dans ces zones.

Nos retournements ont été basés sur deux critères :

- Une température supérieure à 70°C, afin de limités les risques d'inflammation.
- Une chute brutale de température, synonymes de manque d'oxygène ou d'humidité.

L'analyse de ces retournements montre une fréquence plus importante pour l'andain 2 où 8 retournements ont été réalisés contre 5 pour l'andain 1. De plus, les retournements sur l'andain 2 ont été effectués, en général, sur le critère d'une température trop élevée. L'andain 1 a été retourné suite à des baisses de températures, l'intervention est réglée tous les 8 jours pendant un mois puis une autre après deux mois, les interventions sur l'andain 2 sont moins régulières et parfois espacées de seulement 5 jours. Le profil de la température montre les limites d'exploitation du procédé, un compostage contenant trop de graisses est difficile à gérer en terme d'humidité, l'intense dégagement de chaleur assèche beaucoup plus vite le compost, l'apport en eau a été supérieur pour l'andain 2 par rapport à l'andain 1 ou le témoin, afin de maintenir l'humidité proche de 60%.

Le compost 1 est resté proche de 70 °C pendant 15 jours ce qui est largement suffisant pour assurer une bonne hygiénisation du produit fini. Le suivi du pH et de la perte de volume des andains 1 et 2 sont présentés en Figure 80.

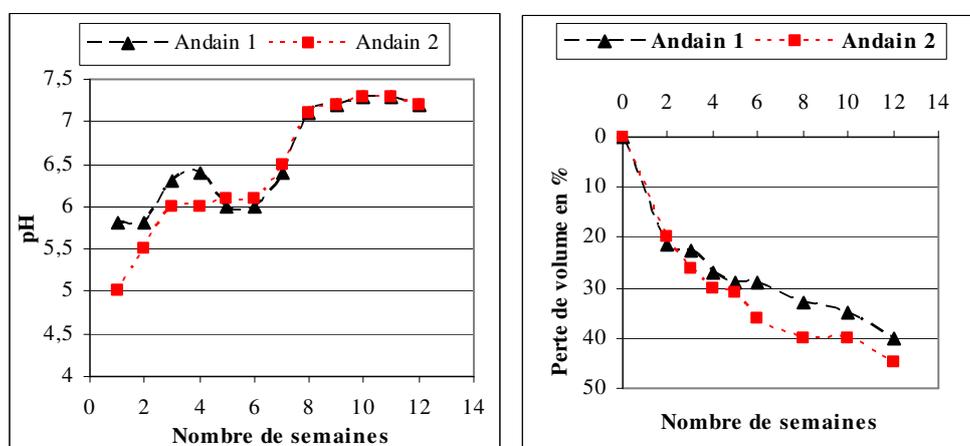


Figure 80 Suivi du pH et de la perte de volume des andains.

Le pH de départ de l'andain 2 est inférieur à l'andain 1 du fait du caractère acide des graisses. Cependant, les profils sont identiques pour finir à des valeurs proches de 7 pour les deux andains. Le pH semble un bon indicateur, plus on se rapproche de la maturation et plus le comportement acido-basique des composts se ressemble.

Les courbes de réduction de volume des andains sont quasiment identiques avec des valeurs légèrement supérieures pour l'andain 2, ce qui peut s'expliquer par le fait que les graisses se dégradent plus rapidement que les déchets verts, plus il y aura de graisses et plus le tassement sera important. Ces valeurs proches de 40 % sont supérieures à celles que nous avons pu enregistrer avec l'andain témoin ayant une réduction entre 25 et 30 %. Ce fort tassement est sûrement la conséquence de la dégradation rapide et complète des graisses. Cette constatation rejoint l'activité plus intense de l'andain 2 qui enregistre des dégradations de matière organique et des températures plus importantes.

2.5. Humification de la matière organique lors de la maturation

2.5.1. Résultats du protocole de fractionnement des acides humiques et fulviques

Baldock & Nelson (2000) définissent les substances humiques comme des molécules organiques autres que des biomolécules. Ces biomolécules se définissent comme des composés de types polysaccharides, sucres, protéines, acides aminés, lipides et lignine. Francoux (2003) a démontré que les substrats non compostés contiennent des substances humiques représentées par des biomolécules qui ont les mêmes propriétés d'extractibilité que les substances humiques. Les mesures de fractionnement ont été effectuées sur les substrats en cours de compostage des composts en réacteurs à 20%, 30% et 40% accompagnés d'un témoin sans gâteau de filtration. Les analyses regroupent donc les composés humifiés et des biomolécules et sont présentées en Figure 81.

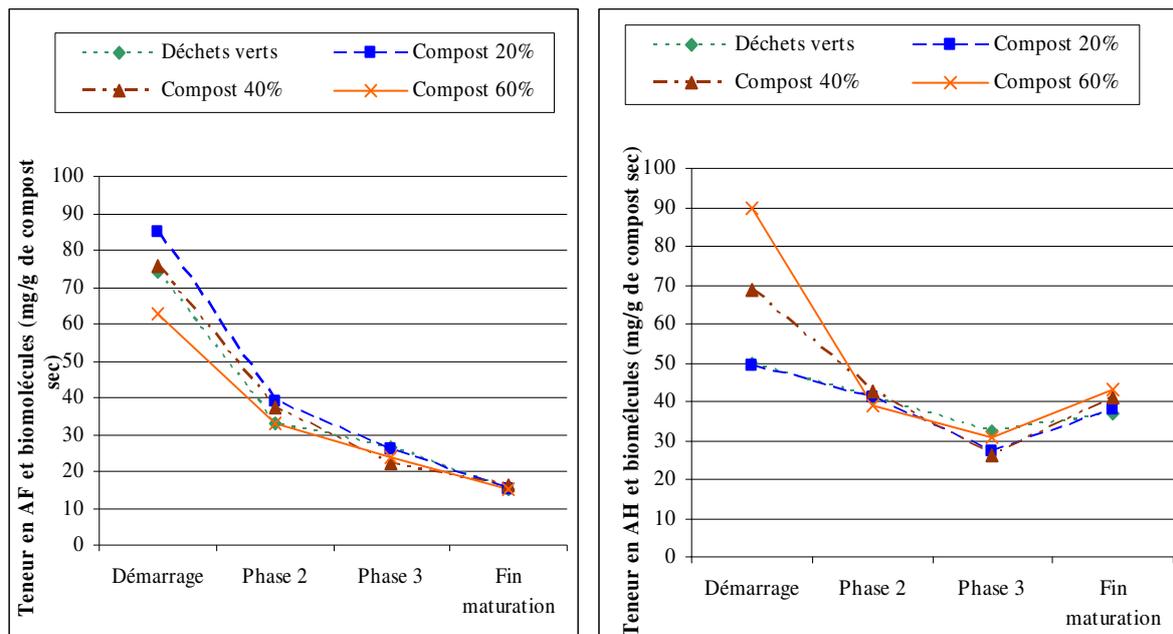


Figure 81 Suivi des teneurs en carbone organique total issue du protocole de fractionnement des acides fulviques et acides humiques dans les composts

La perte en carbone organique total (COT) est importante durant la première phase de compostage correspondant à environ deux semaines, cette perte est imputable à la consommation des composés peu réfractaires comme les glucides simples et protéines et les lipides. Après la phase 3 de refroidissement, la quantité d'AF et de biomolécules continue à diminuer alors que les AH et les biomolécules augmentent, cette étape correspond à une phase de forte humification du compost permettant la formation d'AH. La Figure 82 présente l'évolution des proportions en AH et AF et biomolécules sur la durée du compostage.

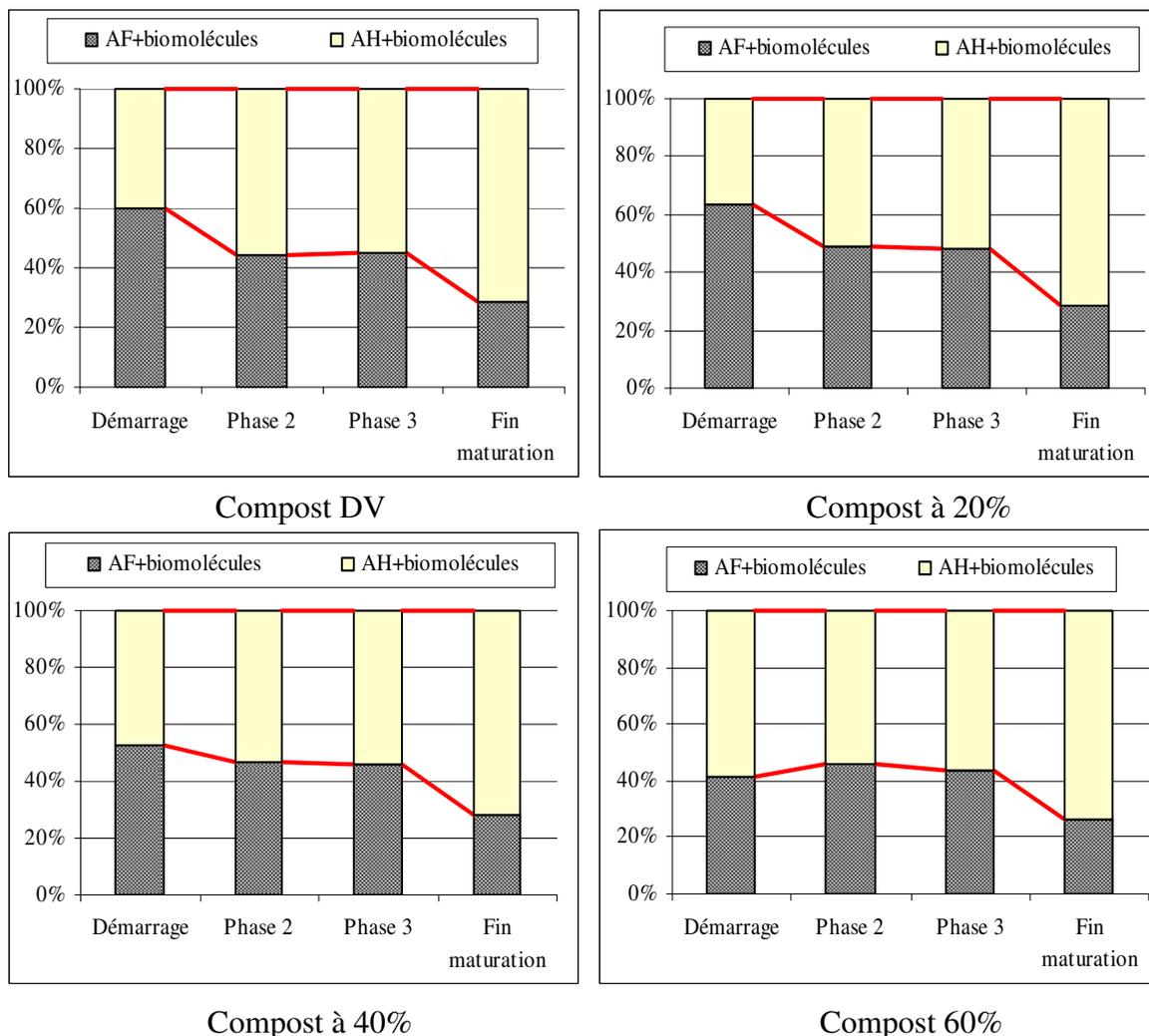


Figure 82 Evolution de la répartition entre AH, AF et biomolécules au cours du compostage

Ces mesures montrent une forte différence sur le substrat de départ, les teneurs en AH et biomolécules sont proportionnelles aux taux de gâteaux de filtration ajoutés aux déchets verts. Cette remarque confirme l'importante présence des biomolécules dans l'extrait, les lipides et les protéines des boues influence la mesure d'AH. Les mesures effectuées lors des trois dernières phases ne montrent pas une réelle différence entre les composts conduisant à des proportions en fin de maturation très proches pour les composts.

Le compostage conduit à l'humification de la matière organique, ainsi l'évolution des acides fulviques et humiques a conduit certains auteurs à calculer des indicateurs de maturité à partir des différentes fractions. Le plus courant est le rapport de la fraction humique sur la fraction fulvique (C_{AH}/C_{AF}), on parle alors de rapport d'humification RH. Les études montrent une augmentation significative de ce rapport au cours du compostage (Saviozzi et al., 1988,

Francou, 2003). Les résultats trouvés par ces auteurs sur divers substrats révèlent que des valeurs inférieures à 1 sont synonymes de composts immatures, et des valeurs supérieures à 1,7 à des composts mûrs. La Figure 83 présente les rapports d'humidification, $RH=C_{AH}/C_{AF}$ pour les quatre composts au cours du processus.

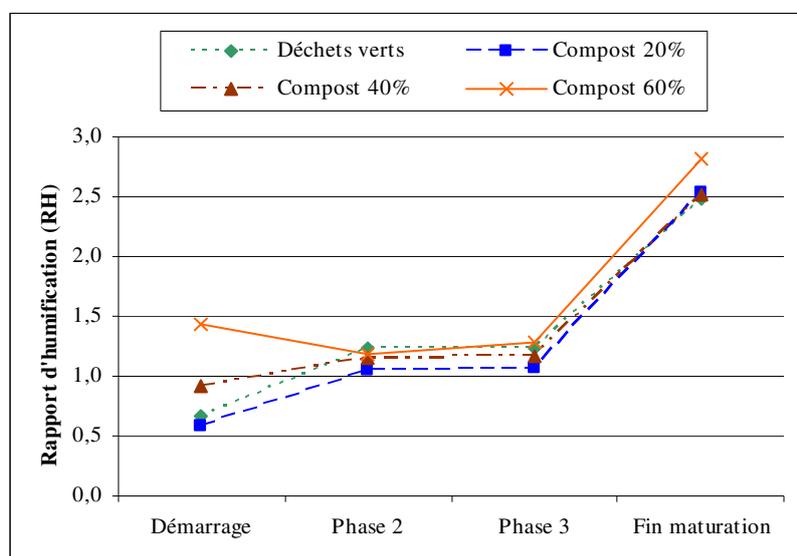


Figure 83 Evolution du rapport d'humidification au cours des phases de compostage

Etant donné que les mesures d'AH et d'AF sur substrats en cours de compostage tiennent compte également des biomolécules, le rapport d'humidification RH (C_{AH}/C_{AF}) traduit une différence d'extractibilité des composés organiques, et non un réel degré d'humidification de la matière organique. Seules les valeurs obtenues en phase de maturation représentent une mesure fiable du degré d'humidification du compost. Cependant, les RH des composts augmentent au cours du temps pour atteindre des valeurs importantes ce qui prouve que ce rapport constitue tout de même un bon indicateur de la stabilité du compost. Les valeurs finales des composts sont très proches, le déroulement du processus est donc correct quelque soit le taux de gâteau de filtration ajouté.

2.5.3. Test d'auto-échauffement

La température maximale atteinte par les composts permet de donner une valeur sur l'échelle de Dewar. Les relevés de températures dans les vases Dewar sont représentés dans la Figure 84.

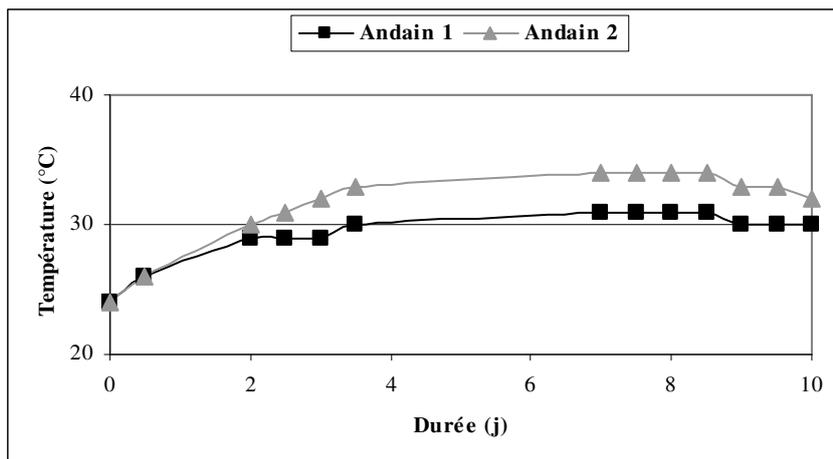


Figure 84 Résultats du test d'auto-échauffement par réhumidification.

L'échantillon prélevé sur l'andain 1 a atteint 31 °C soit une variation de 7°C. Cette variation, selon l'échelle de Dewar, correspond à une note de V qui caractérise un compost très stable. L'échantillon de l'andain 2 enregistre une remontée de température de 10°C (température maximale de 34°C) ce qui équivaut à une note de IV, le compost est alors considéré comme mature mais avec une stabilité modérée. Les conclusions de cette méthode amènent à penser que les deux composts sont matures après trois mois de compostage mais la forte présence de graisse au départ dans l'andain 2 conduit à un processus plus long pour obtenir une très bonne stabilité.

2.5.2. Test du cresson

Au cours de la germination des graines, des relevés sont effectués conformément à la norme, ces résultats ont été obtenus sur les composts en andains et sont présentés dans les Tableau 22.

Tableau 22. Résultats du test du cresson pour les deux andains.

andain 1	Nombre de plantules		à 7 jours	
	2 jours	7 jours	Nombre de plantules anormales	Poids des plantules / Nombres de plantules en mg
Compost	23,3	23,7	0,7	54,9
Tourbe	5,0	23,7	0,0	2,5

Andain 2	Nombre de plantules		à 7 jours	
	2 jours	7 jours	Nombre de plantules anormales	Poids des plantules / Nombres de plantules en mg
Compost	21,0	23,0	1,3	42,0
Tourbe	5,0	23,7	0	2,5

Ces résultats montrent que le mélange facilite la germination dans les premiers jours, plus de 80 % des graines ont poussé sur le mélange contre 20 % sur le témoin. Après 7 jours, la germination des essais est supérieure à 90 %. Cependant, le poids des plantules est nettement supérieur sur le mélange ce qui témoigne du retard de germination avec le témoin. Nous pouvons dire que nos composts ne présentent aucune phytotoxicité et qu'ils présentent une valeur agronomique intéressante au vu des bons résultats obtenus.

3. Conclusion : potentiels industriels du co-compostage de boues grasses

Les essais de compostage réalisés en réacteurs de laboratoire et sur plate forme semi-industrielle ont permis d'apporter plusieurs remarques sur le procédé de compostage des gâteaux de filtration de boues grasses en mélanges avec des déchets verts :

- La présence de lipides dans le substrat à composter permet d'obtenir un compost de bonne qualité. Dans un processus où le teneur en eau est bien maîtrisée, les performances sont similaires à un compost de déchets verts seuls
- Au-delà de 40% de gâteaux de filtration ajouté, soit plus de 13% de lipides, les fortes températures entraînent une perte d'eau importante ce qui nécessite un apport plus régulier. De plus, des difficultés d'homogénéisation des différents substrats (DV et gâteaux de filtration) sont rencontrées à partir d'un ajout de 50% de gâteaux de filtration.
- Plus la quantité de lipide est importante et plus les températures atteintes sont importantes, l'hygiénisation est d'autant plus facile que la quantité de lipide est importante
- Une forte proportion en gâteaux de filtration dans le mélange augmente la phase de latence en début de compostage. Une teneur en lipide >70 mg/g compost sec entraîne une phase de latence de 5-6 jours contre 3 pour un compost contenant seulement des DV ou 20% de gâteaux de filtration (7% lipides).
- La graisse ajoutée à plus de 110 mg/g de compost sec induit un processus de dégradation des lipides plus long. Pour ce dernier, trois semaines de compostage permettent de dégrader plus de 90% des lipides.
- Les triglycérides sont plus facilement déstructurés en acides gras libres, Pour une teneur en lipide <10%, la quasi-totalité des TG ont disparu en 2 semaines. 4 semaines sont nécessaires à la dégradation des TG dans un mélange contenant 13% de lipides
- La dégradation de la cellulose et de la lignine intervient de façon simultanée lors des premières phases, puis au cours de la maturation, la cellulose semble plus facilement transformée
- Le processus d'humification est aussi rapide quelque soit le mélange considéré et ce malgré une teneur en matière organique lipidique importante au départ.

D'après ces essais, le compost contenant 30% de gâteaux de filtration (10% de lipide par rapport à la matière sèche) en mélange avec 70% de déchets verts (mélange massique), le procédé est proche de celui d'un compostage de déchets verts. Les températures sont importantes mais restent maîtrisables afin d'éviter une trop forte évaporation de l'eau qui nécessiterait des apports importants. Les lipides sont transformés en moins de quatre semaines.

Conclusion générale

La matière organique pose de nombreux problèmes, dans une décharge les déchets organiques subissent une fermentation anaérobie spontanée source de gaz malodorants, polluants et surtout inflammables. Ces gaz entraînent un risque d'explosion mais également, par lixiviation de ces polluants, des risques de pollution de la nappe phréatique et du sol. Leur présence est donc une source de risques qui va compliquer la gestion des déchets mis en décharge et nécessiter la mise en place d'équipements spéciaux comme des drains pour récupérer les lixiviats et les traiter ou encore des torchères pour brûler les gaz à l'air libre.

L'élimination des matières organiques par incinération engorgent les incinérateurs en service et perturbe leur fonctionnement du fait de leur foisonnement et la grande variabilité de leur pouvoir calorifique. Les boues organiques des stations d'épuration urbaines et industrielles contiennent encore beaucoup d'eau, il est alors aberrant de brûler ces produits, le peu de chaleur libérée par leur combustion va être quasiment absorbée pour l'évaporation de cette eau constitutive.

Toutes ces remarques ont contraint les responsables de la gestion des déchets à favoriser le développement des solutions de valorisation biologique comme la digestion aérobie ou anaérobie permettant la production de biogaz ou d'amendements organiques dans le cas du compostage.

Cette étude a permis de mettre au point un protocole de conditionnement des boues grasses issues de l'industrie agro-alimentaire afin de les déshydrater sur filtre-pressé. Le conditionnement utilise une adjonction de poudre de bois avant passage sur filtre-pressé. Dans une deuxième étape, l'étude a porté sur la mise au point et la validation d'une technique de valorisation des gâteaux de filtration par co-compostage.

L'approche du conditionnement des boues avec la poudre de bois a mis en évidence de nombreux critères pouvant influencer les performances de la déshydratation, rendant très difficile l'approche du problème sans une démarche expérimentale rigoureuse. Nous avons donc fait appel à l'analyse basée sur les plans d'expériences. Deux plans d'expériences successifs ont permis d'identifier les conditions les plus adaptées au procédé pour chaque paramètre. Nous avons sélectionné neuf paramètres dont six variables discontinues et 3

variables continues. Les variables discontinues sont le pré-contact, l'essence de bois, la forme d'adjonction, le polymère, le type de toile, et l'ordre d'introduction des réactifs de conditionnement, les variables continues sont la granulométrie de la poudre de bois, la température, la quantité de poudre de bois ajoutée. Les plans d'expériences utilisés sont basés sur l'analyse de tous les paramètres auxquels sont attribués deux modalités bien distinctes. Les variables discontinues ont été fixées par ces plans d'expériences et des précisions ont été apportées pour les variables continues. Des précisions sont apportées ensuite aux variables continues lors d'essais couvrant l'ensemble du domaine expérimental. Cette démarche d'analyse a permis de mettre au point un abaque protocolaire pour le conditionnement des boues par adjonction de poudre de bois avant déshydratation mécanique sur filtre-presse. Le procédé de déshydratation a été validé lors d'essais industriels sur une station d'épuration de salaison, les principales conditions pour un conditionnement optimisé sont les suivantes : la graisse contenue dans la boue représente de 50% de la matière ce qui nécessite un ajout de poudre de bois de 40% massique par rapport à la matière sèche totale de l'effluent. Une poudre de bois dur avec une répartition granulométrique de 500 à 200µm est ajoutée sous forme sèche avec un temps de contact sous agitation de 20 minutes, l'introduction de poudre est réalisée avant le floculant afin de créer des pontages entre les particules de bois et les matières en suspension de la boue. La température n'est pas modifiée afin de rester proche de 20°C.

Ensuite, les gâteaux de filtration ont été mis en compostage en mélange avec des déchets verts. Ces tests de compostage se sont déroulés en deux étapes, une première sur des essais en réacteurs de laboratoire afin de mettre au point le procédé le plus adapté et dans une deuxième étape, le procédé sélectionné est validé par un essai à l'échelle semi-industrielle sur plateforme de compostage.

Les essais laboratoires ont permis de réaliser trois types d'analyses sur les composts : un suivi des paramètres physico-chimiques classiques du compost, un suivi de la dégradation des lipides et une analyse des composés organiques dégradés et formés au cours du processus.

Le suivi des paramètres physico-chimiques a permis de mettre en évidence la faisabilité du procédé de compostage des boues grasses en mélange avec des déchets verts. Avec de bonnes conditions de mélange, aération et humidité, le compost final est d'une qualité pouvant répondre aux exigences agronomiques pour une utilisation comme

amendement organique. Les limites de réalisation ont également été mises en avant notamment lors du mélange contenant une forte proportion de graisse. La gestion de l'humidité, de l'aération et de l'homogénéisation sont plus difficiles lorsque la quantité de gâteaux de filtration dans le mélange est importante.

La dégradation des lipides avec les déchets verts a été analysée au cours du processus de compostage. Ces analyses ont montré que les lipides se dégradent en seulement quatre semaines pour des concentrations inférieures à 120 mg de lipides par gramme de compost sec. Lors de la dégradation des lipides, l'hydrolyse des triglycérides et l'oxydation des acides gras libres interviennent en même temps mais avec une action plus importante pour l'hydrolyse des triglycérides. Ce phénomène conduit à la disparition rapide des TG, la dégradation se termine donc essentiellement par l'oxydation des acides gras libres. Les chaînes d'acides gras des AGL et des TG contenant une ou plusieurs insaturations sont plus facilement dégradés.

Les analyses élémentaires réalisées au cours du processus de compostage sur différents composts permettent de mettre en évidence la dégradation simultanée de la cellulose et de la lignine mais avec des vitesses différentes toujours en faveur de la cellulose. Nous avons également observé l'augmentation de l'aromaticité des composés formant les matières humiques au cours du processus. Le compostage constitue une minéralisation par oxydation de la matière organique, l'évaluation de l'indice d'oxydation met en évidence ce phénomène avec des différences suivant le substrat de départ, plus la quantité de graisse au départ est importante plus l'indice augmente. Cet indice permet également d'identifier les dysfonctionnements d'aération ayant pu intervenir au cours du processus, une faible variation de cet indice est synonyme d'une mauvaise dégradation.

Le compostage des boues graisseuses permet d'obtenir un produit fini stable. Les boues perdent ainsi leurs caractéristiques initiales qui les rendaient difficiles à stocker du fait de leur caractère fermentescible lié à leur évolution biologique. Lors du compostage, nous avons observé les transformations de la matière organique et la formation de structures humiques complexes témoignant du degré de stabilisation ou de maturation du produit final. Nous avons montré que l'utilisation du protocole d'extraction et de mesure des acides humiques et acides fulviques étaient limités par la présence de biomolécules en grande partie représentées par les graisses. Le dosage des acides humiques et fulviques est intéressant en fin

de processus, lorsque les lipides sont fortement dégradés ce qui permet d'observer nettement l'importance de l'humification du compost.

Cette étude a permis de développer un outil important pour les industrielles du traitement de l'eau et notamment ceux spécialisés dans la filière de déshydratation des boues. La société Faure Equipements possède maintenant une référence nécessaire pour accéder à un nouveau marché des graisses agroalimentaires. Cet appui scientifique est très important dans la démarche commerciale pour garantir l'efficacité du procédé de déshydratation. La solution de valorisation des gâteaux de filtration par compostage est également un point important pour les industriels de l'agroalimentaire qui cherchent en permanence à diversifier les exécutoires pour leurs graisses. Cette étude a permis d'apporter des précisions sur le compostage des graisses en mélange avec des déchets, de fixer les limites du procédé. L'approche élémentaire du suivi du compostage est novatrice et a montré un intérêt certain dans une démarche scientifique pour l'analyse des modifications biochimiques de la matière organique du substrat.

Suite à ce travail, des perspectives sont envisageables afin d'apporter des précisions notamment sur les interactions entre lipides et particules de poudres de bois : quelles sont les liaisons qui sont mises en jeu et par quels groupements moléculaires ? Il apparaît intéressant d'identifier les différences d'interactions pouvant intervenir selon l'origine variétale du bois et sa granulométrie. Les différences de structures de surface selon l'origine du bois et la surface de contact disponible doivent jouer un rôle dans ces interactions. Une étude peut être menée sur l'évaluation plus précise de la résistance des floccs aux cisaillements suivant la quantité de poudre de bois appliquée à la boue et son origine variétale. Enfin, il existe une grande diversité de techniques de compostage qui pourra être testée sur le substrat afin d'identifier la plus adaptée. Les principales techniques sont la fermentation en andains à l'air libre ou sous hangar, avec aération mécanique ou forcée, la fermentation accélérée en cellules horizontales closes, la fermentation accélérée en cellules verticales closes ou encore la fermentation accélérée en tube rotatif.

Références bibliographiques

AESN (1994). (AGENCE DE L'EAU SEINE-NORMANDIE) Étude bibliographique sur la caractérisation et les procédés de traitement des produits de curage et des graisses.

AGARWALA S., ABU-ORFB M. & NOVAK J.T. (2005). "Sequential polymer dosing for effective dewatering of ATAD sludges." Water research **39**(7): 1301-1310.

AIT BADDI G., ALBURQUERQUE J.A., GONZÁLVEZ J., CEGARRA J., HAFIDI M. (2004). "Chemical and spectroscopic analyses of organic matter transformations during composting of olive mill wastes". International Biodeterioration & Biodegradation, **54**(1): 39-44.

AKERS R.J. & WARD A.S. (1977). "Liquid filtration theory and filtration pre-treatment." Filtration principles and practices, part I: New York : Dekker.

ANNUNCIADO T.R., SYDENSTRICKER T.H.D. et AMICO S.C. (2005). "Experimental investigation of various vegetable fibers as sorbent materials for oil spills." Marine Pollution Bulletin.

ANRED (1989). Colloque : la collecte et l'élimination des déchets graisseux, Paris.

ATKINSON C.F., JONES D.D. & GAUTHIER J.J. (1996). "Biodegradabilities and microbial activities during composting of municipal solid waste in bench-scale reactors." Compost Science & Utilization **4**(4): 14-23.

AYUSO M., PASCUAL J.A., GARCIA C. & HERNANDEZ T. (1996). "Evaluation of urban wastes for agricultural use." Soil Science and Plant Nutrition **42**(1): 105-111.

BALDOCK J.A. & NELSON P.N. (2000). Soil organic matter. Hand book of soil science. Malcolm E. Summer: 26-84.

BARI Q.H. & KOENIG A. (2001). "Effect of air recirculation and reuse on composting of organic solid waste." Resources, Conservation and Recycling **33**: 93-111.

BASKERVILLE R.C. & GALE R.S. (1968). "A simple automatic instrument for determining the filterability of sewage." Water Pollution control **2**: 3-11.

BECKER G. & KOTER A. (1995). Standard Measurement for Compost Maturity, Conference Proceedings, Biological Waste Management: A Wasted Chance ?, Bochum, April 4-6.

BECKER P., KOSTER D., POPOV M.N., MARKOSSIAN S., ANTRANIKIAN G. & MARKL H. (1999). "The biodegradation of olive oil and the treatment of lipid-rich wool scouring wastewater under aerobic thermophilic conditions." Water Research **33**(3): 653-660.

BECK-FRIIS B., JONSSON S., EKLIND H., KIRCHMANN Y. & SMARS S. (2003). "Composting of source-separated household organics at different oxygen levels: gaining and understanding of the emission dynamics." Compost Science & Utilization **11**(1): 41-50.

BELFORT G., DAVIS R.H. & ZYDNEY A.L. (1994). "The behavior of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration." Journal of Membrane Science **96**(1-2): 1-58.

BELLON (2004). "Cours de biochimie, les lipides." Université de Marseille: 1-34.

BENKALHA Y.K., OULD-DRIS A., JAFFRIN M. Y. & SI-HASSEN D. (1995). "Cake growth mechanism in cross-flow microfiltration of mineral suspensions." Journal of Membrane Science **98**(1-2): 1-181.

BERNAL M.P., NAVARRO A.F., ROIG A., CEGARRA J. & GARCIA D. (1996). "Carbon and nitrogen transformation during composting of sweet sorghum bagasse." Biology and fertility of soils, **22**: 141-148.

BERNAL M.P., NAVARRO M.A., SANCHEZ-MONEDERO M.A., ROIG A. & CEGARRA J. (1998). "Influence of sewage sludge compost stability and maturity on carbon and nitrogen mineralization in soil." Biochem. Soil Biol. **30**(3): 305-313.

BESRA L., SENGUPTA D.K., ROY S.K. & AY P. (2003). "Influence of polymer adsorption and conformation on flocculation and dewatering of kaolin suspension." Separation and Purification technology **37**: 231-246.

BETURE-CEREC (1996). Étude technico-économique des différentes filières de traitement des graisses. Rapport de synthèse, AGENCE DE L'EAU LOIRE-BRETAGNE: p 54.

BLIGH E.G. & DYER W.J. (1959). "A rapid method of total lipid extraction and purification." Canadian Journal of Biochemistry and Physiology **37**: 911-917.

BOERLAGE S.F. E., KENNEDY M.D., ANIYE M.P., ABOGREAN E., TARAWNEH Z.S. & SCHIPPERS J.C. (2003). "The MFI-UF as a water quality test and monitor." Journal of Membrane Science **211**(2): 271-289.

BONNARD R., CAUCHI B. & BOURBIGOT M.G (1992). "Les traitements des graisses des stations d'épuration." Courants **18**: 26-32.

BOON J., DE LEEUW J.W., VAN DER HOEK G.J. & NOSJAN J.H. (1977). "Significance and taxonomic value of iso and anteiso monoenoic fatty acids and branched b-hydroxy acids in *desulfovibrio desulfuricans*." Journal of Bacterial Marine **129**: 1183-1191.

BRIDOUX G. (1992). Bilan des graisses dans les stations d'épuration. Élimination des résidus graisseux par voie aérobie. Compiègne, Université de technologie de Compiègne: 166.

BRINTON W.F. & EVANS E. (2000). "Plant performance in relation to depletion, CO₂-rate and volatile fatty acids in container media composts of varying maturity." Woods End Research Laboratory, Box 297, Mt Vernon Maine 04352, USA.

BRINTON W.F. (2000). "Compost Quality in America, compost quality standards and guidelines." Woods End Research Laboratory, Inc.

BROWNING B.L. (1975). "The chemistry of wood". Huntington, NY: Robert E. Krieger Publishing Company.

BURGERA R., CONCHAB F. & KARLSENC K.H. (2001). "Phenomenological model of filtration processes : 1. Cake formation and expression." Chemical Engineering Science **56**: 4537–4553.

CANET, R. & F. POMARES (1995). "Changes in physical, chemical and physicochemical parameters during the composting of municipal solid waste in two plants in Valencia." Bioresource Technology **51**: 259-264.

CARMAN P.C. (1938). "Fundamental principles of industrial filtration." Transaction Institution of Chemical Engineers **16**: 168-176.

CEGARRA J., PAREDES C., ROIG A., BERNAL M.P.& GARCIA D. (1996). "Use of Olive Mill Wastewater Compost for Crop Production." International Biodeterioration & Biodegradation **38**(3-4): 193-203.

CHEFETZ B., HATCHER P.G., HADAR Y. & CHEN Y. (1998). "Characterization of Dissolved Organic Matter Extracted from Composted Municipal Solid." Waste Soil Sci. Soc. Am. J. **62**: 326–332.

CHEN G.W., LIN W.W. & LEE D.J. (1996), Water Sci. Technol. **34**: 443–448.

CHEN S. (2003). A novel fine coal dewatering process with integrated biomass utilization, Illinois State Geological Survey, Final technical report of project : 1-25.

CHEN Y., YANG H. & GU G. (2001). "Effect of acid and surfactant treatment on activated sludge dewatering and settling." water research **35**(11): 2615-2620.

CHIA-HUNG HOU, KUNG-CHEH LI & YI-CHIN HUANG (2003). "Effect of fly ash addition on inorganic water sludge conditioning." Journal of the Chinese Institute of Environmental Engineering **13**(3): 159-165.

CIAVATTA C., GOVI M., PASOTTI L. & SEQUI P. (1993). "Changes in organic matter during stabilization of compost from municipal solid waste." Bioresource Technology **43**: 141-145.

COACKLEY P. & JONES B.R.S. (1956). "vacuum sludge filtration : Interpretation of results by concept of specific resistance." Sewage and Industrial Wastes **28**: 963-968.

CORE H.A.; CÔTÉ W.A. & DAY A.C. (1979). "Wood structure and identification". 7th ed. Syracuse, NY: Syracuse University Press.

COULSON J.M. & RICHARDSON J.F. (1968). Flow of fluids through granular beds and packed column. Chemical Engineering. Pergamon. New York. **2**: 1-47.

COULSON J.M. & RICHARDSON J.F. (1991). Particle Technology and Separation Processes. Chemical Engineering. Pergamon. Oxford. **2**.

DAS K. & KEENER H.M. (1997). "Moisture effect on compaction and permeability in composts." Journal of Environmental Engineering ASCE **123**(3): 275-281.

Department of Agriculture, Forest Service (1999). Wood handbook—Wood as an engineering material. Madison, W I: U.S., Forest Products Laboratory, Ed. 463.

DERENNE S. & LARGEAU C. (2001). "A review of some important families of refractory macromolecules: composition, origin, and fate in soils and sediments." Soil Science **166**(11): 833-847.

DIGNAC M.-F. (1998). Caractérisation chimique de la matière organique au cours du traitement des eaux usées par boues activées. Thèse en Océanologie, Métérologie, Environnement. Université de Paris VI : 303.

DUCHAUFOR P. (1991). Pédologie, sol, végétation, environnement, 3^{ième} édition, Masson Co. EC, European Commission. 2001. Extensive wastewater treatment processes adapted to small and medium sized communities. Office of publications of the European Community. Luxembourg, 40 pp.

EGANHOUSE R.P. (1982). Organic matter in municipal wastes and storm runoff: characterization and budget to the coastal waters of southern California. Thesis in Geochemistry. Los Angeles, University of California: 230.

EGGEN T. & VETHE O. (2001). "Stability indices for different composts." Compost Science & Utilization **9**(1): 19-26.

EKLIND Y. & KIRCHMANN H. (2000). „Composting and storage of organic household waste with different litter amendments. II: nitrogen turnover and losses”. Bioresource Technology, **74**:125-133.

ENDO Y. & ALONSO M. (2001). "Physical meaning of specific resistance and effects of cake properties in compressible cake filtration." filtration+separation: 43-46.

ENTRESSANGLES B. & ZWOBADA F. (1987). Des acides gras aux matières grasses alimentaires. Lipides et santé. Quelles vérités ?: 2-23.

EYMARD S. & GENOT C. (2003). "A modified xylenol orange method to evaluate formation of lipid hydroperoxides during storage and processing of small pelagic fish." European Journal of Lipid and science technology **105**: 497-501.

FARRINGTON J.W. & QUINN J.G. (1973). "Petroleum hydrocarbons and fatty acids in wastewater effluents." Journal Water Pollution Control Federation **45**: 704-712.

FERNANDES F., VIEL M., SAYAG D. & ANDRE L. (1988). "Microbial breakdown of fats through invessel co-composting of agricultural and urban wastes." Biological Wastes **26**: 33-48.

FILIPPI C., BEDINI S., LEVI-MINZI R., CARDELLI R. & S. A. (2002). "Co-composting of olive oil mill by-products: chemical and microbiological evaluations." Compost Science & Utilization **10**(1): 63–71.

FOLCH J., LEES M. & SLOANE-STANLEY G.H.S. (1957). "A simple method for the isolation and purification of total lipides from animal tissues." Journal of Biological Chemistry **226**: 497-509.

FORGET V. (2002). "Déshydratation des boues urbaines et industrielles par des adjuvants ligno-cellulosiques." L'eau, l'industrie, les nuisances **257**: 67-69.

FORSTER J.C., ZECH W. & WÜRDINGER E. (1993). „Comparison of chemical and microbial methods for the characterization of the maturity of composts from contrasting sources." Biology and Fertility of Soils, **16**:93-99.

FRANCOU C. (2003). "Stabilisation de la matière organique au cours du compostage de déchets urbains: Influence de la nature des déchets et du procédé de compostage - Recherche d'indicateurs pertinents". Paris, Grignon, Institut National de Recherche Agronomique.

GACE H.P. (1953). "Resistance and compressibility of filter cake." Chemical Engineering Progress **49**: 303-318.

GAGNON B., ROBITAILLE R. & SIMARD R.R. (1999). "Characterization of several on-farm and industrial composted materials." Can. J. Soil. Sci. **79**: 201-210.

GALE R.S. (1967). "Filtration theory with special reference to sewage sludges." Water pollution control **66**: 622-632.

GARCIA C., HERNANDEZ T., COSTA F. & PASCUAL J.A. (1992). "Phytotoxicity due to the agricultural use of urban wastes. Germination experiments." J. Sci. Food Agric **59**: 313-319.

GILLAN F.T. & HOGG R.W. (1984). "A method for the estimation of bacterial biomass and community structure in mangrove-associated sediments." Journal of Microbiological Methods **2**: 275-293.

GIS MOUSSES (1993), Guide de lutte contre les mousses biologiques stables dans les stations d'épuration à boues activées, document technique FNDAE hors série, octobre.

GROOM L.H., SHALER S.M. & MOTT L. (1995). Characterizing micro- and macro-mechanical properties of single wood fibers. Int. Paper Physics Conf., Niagara on the Lake, Canada.

GULAS V., BOND M. & BENEFIELD L. (1979). "Use of exocellular polymers for thickening and dewatering activated sludge." Water pollution control **51**: 798.

HAMER G. (2003). "Solid waste treatment and disposal: effects on public health and environmental safety." Biotechnology Advances **22**: 71-79.

HARKIN J.M. (1969). Uses for sawdust, shavings and waste chips. MADISON, Forest Products Laboratory, Forest Service U.S. Department of Agriculture: 37.

HARRINGTON J.J. (1998). MicroFibril Angle in Wood. New Zealand, IAWA/IUFRO, Ed. B.G Butterfield.

HASSEN A., BELGUITH K., JEDIDI N., CHERIF A., CHERIF M. & BOUDABOUS A. (2001). "Microbial characterization during composting of municipal solid waste." Bioresource Technology **80**: 217-225.

HAUG R.T. (1993). The practical handbook of compost engineering. Florida, Boca Raton, Ed. 717.

HE Y., INAMORI Y., MIZUOCHI M., KONG H., IWAMI N. et SUN T. (2000). "Measurements of N₂O and CH₄ from aerated composting of food waste." Sci. Total Environ **254**: 65-74.

HELAINÉ D. & LABATUT S. (1995a). "Le traitement des résidus alimentaires gras : quelles techniques pour quels objectifs ?" L'eau, l'industrie, les nuisances **179**: 33-37.

HELAINÉ D., ROBINO T. & LABATUT S. (1995b). "Un nouveau concept de traitement et de valorisation des déchets gras alimentaires." TSM **7-8**: 575-579.

HERRMANN R. & SHANN J.R. (1993). "Enzyme activities as indicators of MSW compost maturity." Compost Science & Utilization **1**(4): 54-63.

HERTKORN N., PERMIN A., PERMINOVA I., KOVALEVSKII D., YUDOV M., PETROSYAN V. & KETTRUP A. (2002). "Comparative Analysis of Partial Structures of a Peat Humic and Fulvic Acid Using One- and Two-Dimensional Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy". Journal of Environmental Quality. **31**: 375-387.

HO W.S.W. et SIRKAR K.K. (1992). Membrane handbook. New York, Van Nostrand Reinhold, Ed.

HOSTEN C. & SAN O. (1999). "Role of clogging phenomena in erroneous implications of conventional data analysis of constant pressure cake filtration." SEPARATION SCIENCE AND TECHNOLOGY **34**: 1759-1772.

HWANG K. & HSUEH C. (2003). "Dynamic analysis of cake properties in microfiltration soft colloids." Journal of Membrane Science **214**(2): 259-273.

IANNOTTI D.A., GREBUS M.E., TOTH B.L., MADDEN L.V. & HOITINK A.J. (1994). "Oxygen respirometry to assess stability and maturity of composted municipal solid waste." J. Environ. Qual. **23**: 1177-1183.

INBAR Y., CHEN Y., HADAR Y. & HOITINK H.A.J. (1990). "New approaches to compost maturity." BioCycle **31**: 64-69.

INBAR Y., CHEN Y., HADAR Y. & VERDONCK O. (1988). "Composting of agricultural wastes for their use as container media: Simulation of the composting process." Biological Wastes **26**(4): 247-250.

JARDE E., MANSUY L. & FAURE P. (2003). "Characterization of the macromolecular organic content of sewage sludges by thermally assisted hydrolysis and methylation-gas chromatography-mass spectrometer (THM-GC/MS)". J. Anal. Appl. Pyrol., **68-69**: 331-350.

JIMENEZ E.I. & GARCIA V.P. (1992). "Composting of domestic refuse and sewage sludge. I. Evolution of temperature, pH, C/N ratio and cation-exchange capacity." Bioresource Technology **41**(3): 265-272.

JODIN P. (1994) " Le Bois, Matériau d'Ingénierie " *Association pour la recherche sur le bois en Lorraine* , Nancy, France.

JOURDAN B (1982). "Standardizing Selected Methods for Determining the Degree of Maturity, Decomposition of Municipal Composts." Rapport de recherches sur l'économie des déchets.

KALLEL M., MALESIEUX G. & GOUSAILLES M. (1994). "Bioélimination des déchets gras après saponification." TSM **11**: 619-623.

KANG I., LEE C. & KIM K. (2003). "Characteristics of microfiltration membranes in a membrane coupled sequencing batch reactor system." Water Research **37**(5): 1192-1197.

KARROUM M., GUILLET B., LOTTIER N. & DISNAR J.R. (2004). "Importance et devenir des biopolymers (lignines et polysaccharides) dans le sols d'une chronoséquence de hêtraies (*Fagus Sylvatica*), en forêt de fougère". Annals of Forest Science. **61**: 221-233.

KAVANAGH B.V. (1980). "The dewatering of activated sludge : Measurement of specific resistance to filtration and capillary suction time." Water pollution control **79**: 388-398.

KIRCHMANN H. & EWNETU W. (1998). "Biodegradation of petroleum-based oil wastes through composting." Biodegradation **9**(2): 151-156.

KLAMER M. & BAATH E. (1998). "Microbial community dynamics during composting of straw material studied using phospholipid fatty acid analysis FEMS." Microbiology Ecology **27**: 9-20.

KÖGEL-KNABNER I. (2002). "The macromolecular composition of plant and microbial residues as inputs to soil organic matter", Soil Biol. Biochem. **34**: 139-169.

KOMPELLA M.K. & LAMBROS J. (2002). "Micromechanical characterization of cellulose fibers." Polymer Testing. **21**(5): 523-530.

KOVASIN, K., NORDEN H. V. & AHONEN L. (1988). "Modelling the filtration stage of a pulp washer." Filtration & Separation **25**(1): 42-45.

KRISHNA-PRASAD K., SANGEN E. & VISSER P. (1985). "Woodburning Cookstoves." Advances in Heat Transfer **17**: 159-310.

KULCU R. & YALDIZ O. (2004). "Determination of aeration rate and kinetics of composting some agricultural wastes." Bioresource Technology **93**: 49-57.

LAPARA T.M. & ALLEMAN J.E. (1997). Autothermal thermophilic aerobic wastewater treatment systems: A state-of-the-art review In 52nd Purdue Industrial Waste Conference Proceedings, MI: Ann Arbor Press Inc. Chelsea: 25-34.

LARSEN K.L. & McCARTNEY M. (2000). "Effect of C:N ratio on microbial activity and N retention in bench-scale study using pulp and paper biosolids." Compost Science & Utilization **8**(2): 147-159.

LECLERC B. (2001). Guide des matières organiques, Ed. Guide Technique de l'ITAB.

LEE C.H. & LIU J.C. (2001). "Sludge dewaterability and floc structure in dual polymer conditioning." Advances in Environmental Research **5**(2): 129-136.

LEE J., AHN W. & LEE C. (2001). "Comparison of the filtration characteristics between attached and suspended growth microorganisms in submerged membrane bioreactor." Water Research **35**(10): 2435-2445.

LEMUS G.R. & LAU A.K. (2002). "Biodegradation of lipidic compounds in synthetic food wastes during composting." Canadian biosystems engineering **44**(6): 33-39.

LEMUS G.R., LAU A.K., BRANION R. & LO K.V. (2004). "Bench-scale study of the biodegradation of grease trap sludge with yard trimmings or synthetic food waste via composting." Journal of Environmental Engineering and Science, **3**: 485-494.

LIANG C., DAS K.C. & McCLENDON R.W. (2003). "The influence of temperature and moisture contents regimes on the aerobic microbial activity of a biosolids composting blend." Bioresource Technology **86**: 131-137.

LOUISOT P. (1983). Lipides et dérivés isoprénique. Biochimie générale et médicale. Paris, Simep: 259-321.

LU W. M., TUNG K. L., HUNG S. M., SHIAU J. S. & HWANG K. J. (2001). "Constant Pressure Filtration of Mono-Dispersed Deformable Particles Slurry." Separation science and technology **36**(11): 2355-2383.

MADEJÓN E., LÓPEZ R., MURILLO J.M. & CABRERA F. (2001). "Agricultural use of three (sugarbeet) vinasse composts: effect on crops and chemical properties of a Cambisol soil in the Guadalquivir river valley (SW Spain)". Agriculture, Ecosystems and Environment, **84**: 55-65.

MAGDI T.A., HORIUCHI T. & OBA S. (2004). "Composting of rice straw with oilseed rape cake and poultry manure and its effects on faba bean (*Vicia faba* L.) growth and soil properties." Bioresource Technology **93**(2): 183-189.

MAILLET I. (1997). "Le traitement des déchets gras. État des moyens proposés et étude d'une solution privilégiée, le Biolix." Tribune de l'eau **50**(586/2): 15-20.

MARTENS J. (2005). "Indicator methods to evaluate the hygienic performance of industrial scale operating Biowaste Composting Plant."

MARTENS J. (2005). "Indicator methods to evaluate the hygienic performance of industrial scale operating Biowaste Composting Plants". Waste Management, **25**(4): 435-444.

MATHUR S.P., DOWEN G., DINEL H. et SCHNITZER M. (1993). "Determination of compost biomaturity. I. Literature review." Biological Agriculture and Horticulture **10**: 65-85.

McCABE W.L., SMITH J.C. & HARRIOTT P. (2005). Unit Operation of Chemical Engineering. Sydney, McGraw-Hill, Ed. 7th edition.

MEETEN G.H. (2000). "Septum and filtration properties of rigid and deformable particle suspensions." Chemical Engineering Science **55**: 1-20.

MEETEN W.L. & SMEULDERS J.B.A.F (1995). "Interpretation of filterability measured by the capillary suction time method." Chemical Engineering Science **50**(8): 1273-1279.

MERIGUET G. (1997). "Filtration - Technologies" Opération unitaire, genie de la reaction chimique. **7** : 3254.

MICHEL F. C. & REDDY C.A. (1998). "Effect of oxygenation level on yard trimmings composting rate, odor production, and compost quality in bench-scale reactors." Compost Science & Utilization **6**(4): 6-14.

MONDINI C., FORNASIER F. & SINICCO T. (2004). "Enzymatic activity as a parameter for the characterization of the composting process." Biochem. Soil Biol. **36**: 1587–1594.

MOTT L., SHALER S.M. & GROOM L.H. (1995). "The tensile testing of individual wood fibers using environmental scanning electron microscopy and video image analysis." TAPPIJ. **78**(5): 143-148.

MUKHERSEE P.S. & SATYANARAYANA K.G. (1986). "An empirical evaluation of structure-property relationships in natural fibres and their fracture behaviour." Journal of Materials and Science **21**: 4162-4168.

MUSTIN M. (1987). Le compost. Paris, France, Ed. 954.

NAKANISHI K., TADOKORO T. & MATSUNO R. (1987). "On the specific resistance of cakes of microorganisms." Chemical Engineering Communications **62**: 187-201.

NATTERER J., SANDOZ J.L. & REY M. (2000). "Construction en bois. Matériaux, technologie et dimensionnement." Traité de Génie Civil de l'EPFL **13**: 30 – 89.

NAVARRO A. F., CEGARRA J., ROIG A. & GARCIA D. (1993). "Relationships between organic matter and carbon contents of organic wastes." Bioressource Technology: 203-207.

NENKOVA S., GARVANSKA R. & JELEV S. (2004). "Fibrous-wood sorbent for eliminating oil pollution." Autex Research Journal **4**(3): 157-163.

OUATMANE A., PROVENZANO M.R., HAFIDI M. et SENESI N. (2000). "Compost maturity assessment using calorimetry, spectroscopy and chemical analysis." Compost Science & Utilization **8**(2): 124-134.

OUEDRAOGO E., MANDO A. & ZOMBRE N.P (2001). "Use of compost to improve soil properties and crop productivity under low input agricultural system in West Africa." Agriculture, Ecosystems and Environment **84**(259-266).

OVERATH P., PAULI G. & SCHAURER H.U. (1969). "Fatty acid degradation in *Escherichia coli*: an inducible acyl-CoA synthetase, the mapping of old-mutations, and the isolation of regulatory mutants." European Journal of Biochemistry **7**: 559-574.

PAGE D.H. & EL-HOSSEINY F.E. (1976). "The mechanical properties of single wood pulp fibers." Svensk papperstidning **14**: 471-474.

PAGE D.H., EL-HOSSEINY F.E., WINKLER K. & LANCASTER A.P.S. (1977). "Elastic modulus of single wood pulp fibers." TAPPI **60**: 114-117.

PANSHIN A.J. & DE ZEEUW C. (1980). "Textbook of wood technology". 4th ed. New York: McGraw-Hill.

PICCOLO A., NARDI S. & CONCHERI G. (1996). "Micelle-like conformation of humic substances as revealed by size-exclusion chromatography". Chemosphere, **33**: 595-602.

RAO K.S., DOMINIC R., SINGH K., KALUWIN C., RIVETT D.E. & JONES G.P. (1990). "Lipid fatty acid, amino acid and mineral compositions of five edible plant leaves." Journal of Agricultural Food Chemistry **38**: 2137-2139.

RATLEDGE C. & WILKINSON S.G. (1988). Fatty acids, related and derived lipids. Microbial lipids. Oxford: 23-53.

RAWLING Jr. F.L., BOYLAN D. R. & DAVID H. T. (1970). "Effect of Wall Friction in Compression-Permeability Testing." Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development **9**(2): 161-164.

REHMAT T., BRANION R., DUFF S. & GROVES M. (1997). "A laboratory sludge press for characterizing sludge dewatering." Water Science and Technology **35**(2-3): 189-196.

REID I.D. (1995). "Biodegradation of lignin." Can. J. Bot. **73**(1): 1011-1018.

RHODES M.J. (1997). Introduction to Particle Technology. Chichester, New York, John Wiley, Ed. p 336.

RIFFALDI R., LEVI-MINZI R., PERA A. & DE BERTOLDI M. (1986). "Evaluation of compost maturity by means of chemical and microbial analyses." Wastes management & research **4**: 387-396.

ROIG A., CAYUELA M.L. & SANCHEZ-MONEDERO M.A. (2004). "The use of elemental sulphur as organic alternative to control pH during composting of olive mill wastes". Chemosphere, **57**: 1099-1105.

ROLETTO E., BARBERIS R., CONSIGLIO M. & JODICE R. (1985). "Chemical parameters for evaluating compost maturity." BioCycle **26**: 46-47.

ROWELL R.M., YOUNG R.A., ROWELL J.K. (1997). "Paper and composites from agro-based resources". Lewis publishers, Boca Raton, USA *Ed Rowell R.M.*

RUSSELL B. (2003). Analysis of Stockpiled Wood Residues. AGB Technologies, Inc. Report prepared for Saskatchewan, Saskatchewan forest centre : 18.

RUTH B.F. (1935). "Studies in filtration : III. Deviation of general filtration equation." Industrial & Engineering Chemistry **27**: 708-723.

RUTH B.F. (1946). "Correlating filtration theory with industrial practice." Industrial & Engineering Chemistry **38**: 564-571.

RUTH B.F., MONTILLON G.H. & MOTONNA R.E. (1933a). "Studies in filtration : I. Critical analysis of filtration theory." Industrial and Engineering Chemistry **25**: 76-82.

RUTH B.F., MONTILLON G.H. & MOTONNA R.E. (1933b). "Studies in filtration : II. Fundamentals of constant pressure filtration." Industrial & Engineering Chemistry **25**: 153-161.

SADAKA S. & EL TAWHEEL A. (2003). "Effect of aeration and C:N ratio on household waste composting in Egypt." Compost Science & Utilization **11**(1): 36-40.

SANCHEZ-MONEDERO M.A., MONDINI C., DE NOBILI M., LEITA L. & ROIG A. (2004). "Land application of biosolids. Soil response to different stabilization degree of the treated organic matter." Waste Management **24**: 325–332.

SANCHEZ-MONEDERO M.A., ROIG A., PAREDES C. & B. M.P. (2001). "Nitrogen transformation during organic waste composting by the rugers system and its effects on pH, EC, and maturity of the composting mixtures." Bioresource Technology **78**: 301-308.

SARKANEN K. & LUDWIG C. (1971). "Lignins: occurrence, formation, structure and reactions". J. Wiley&Sons, New York.

SCHIPPERS J.C. & VERDOUW J. (1980). "The modified fouling index, a method of determining the fouling characteristics of water." Desalination **32**: 137-148.

SCHMITZ J. & BRESSON J.L. (1994) "Substrat énergétique – les glucides" Enseignement de la Nutrition Tome 1-Physiologie. Collège des enseignants de la nutrition. 67.

SCHULTEN H.R. & LEINWEBE P. (1996). "Characterization of humic and soil particles by pyrolysis and computer modeling analytical". Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, **38**: 1-53.

SCOTLAND R. (2004). "Factsheet on the benefits of using compost for scottish crops." Remade Scotland, Caledonian Shanks Centre for Waste Management. 18.

SENESI N., MIANO T.M. & BRUNETTI G. (1996). Humic-like substances in organic amendments and effets on native soil humic substances. Humic substances in terrestrial ecosystems. A. Piccolo: 531-593.

SERRA-WITTLING C., BARRIUSO E. & HOUOT S. (1996). "Impact of composting type on composts organic matter characteristics." In The Science of composting, de Bertoldi et al. ed. (Blackie Academic and Professionnal, Bologne).

SHALER S., GROOM L.H. & MOTT L. (1995). Microscopic Analysis of wood fibers using ESEM and confocal Microscopy. Proc. of the Wood Fiber-Plastic Composites Symposium, Madison, Wisconsin, USA,.

SHAN H. (2004). Membrane fouling during the microfiltration of primary and secondary wastewater treatment plant effluents. University of Pittsburgh, Master of Science: p 82.

SHARMA V. K., CANDITELLI M., FORTUNA F. & CORNACCHIA G. (1997). "Processing of urban and agro-industrial residues by aerobic composting: Review." Energy Conversion and Management **38**(5): 453-478.

SHIRATO M., ARAGAKI T., MORI R. & SAWAMOTO K. (1968). Journal of Chemical Engineering of Japan **1**: 86-90.

SMARS S., BECK-FRIIS B., JONSSON H. & KIRCHMANN H. (2001). "An advanced experimental composting reactor for systematic simulation studies." Journal agric.Engng Res **78**(4): 415-422.

SORENSEN B.L. & SORENSEN P.B. (1997). "Applying cake filtration theory on membrane filtration data." Water Research **31**(3): 665-670.

SPACCINI R., PICCOLO A., CONTE P., HABERHAUER G. & GERZABEK M.H. (2002). "Increased soil organic carbon sequestration through hydrophobic protection by humic substances". Soil Biol. Biochem., **34**: 1839–1851.

SPOHN E. (1969). "Determination of compost maturity." Compost Science / Land Utilization. 26-27.

STEVENSON F.J. (1982). "Extraction, fraction and general chemical composition of soil organic matter". In Stevenson F.J. editor. Humus chemistry, genesis, composition, reaction. New York, John Wiley and Sons.

SUNDBERG C., SMARS S. & JONSSON H. (2004). "Low pH as an inhibiting factor in the transition from mesophilic to thermophilic phase in composting." Bioresource Technology **95**: 145–150.

SÜRÜCÜ G. & DILEK ÇETIN F. (1989). "Effect of temperature, pH and DO concentration on filterability and compressibility of activated sludge". Water Research,**23**(11): 1389-1395.

SWANWICK J.D. & DAVIDSON M.F. (1961). "Determination of specific resistance to filtration." The Water and Waste Treatment Journal **8**: 386-389.

SWIFT R.S., (1989). "Molecular weight, size, shape and charge characteristics of humic substances: some basic considerations". In: M.H.B. Hayes, P. MacCarthy, R. Malcolm, R.Swift (eds.) Humic substances II. In search of structure, John Wiley & Sons, New York, pp 450-464.

TARDY Y., BAILLY J.R., GUIRESSE M., KAEMMERER M., BOUTIN M.P. & REVEL J-C. (2000). "An approach for a thermodynamic treatment of the humic substances in

soils and plants nutritional environments, 10th International meeting of the international humic substances society, 24-23 July – Toulouse (France). 1: 23-28.

TARLERON E.S. & WAKEMAN R.J. (1999). "Software applications in filter control, data acquisition and data analysis." Filtration & Separation **octobre**: 57-64.

TCHOBANOGLOUS G. (1979). Wastewater Engineering : Treatment, disposal, reuse. New York, McGraw-Hill, Ed. 2nd.

TENNEY M.W., ECKELBERGER W.F., COFFEY J.J. & McALOON T.J. (1970). "Chemical conditioning of biological sludges for vacuum filtration." Journal Water Pollution Control Federation **42**: 1-20.

THONARD P., DESTAIN J. & ANTOINE P. (1997). "La problématique de la matière grasse : aspect théorique." Tribune de l'eau **50**(586/2): 3-9.

TILLER F.M. & GREEN T.C. (1973). "Role of porosity in filtration IX skin effect with highly compressible materials." AIChE Journal **19**(6): 1266-1269.

TILLER F.M. & KWON J.H. (1998). "Role of porosity in filtration: XIII. Behavior of highly compactable cakes." AIChE Journal **44**(10): 2159-2167.

TILLER F.M. (1975). "Compressible cake filtration." In the scientific basis of filtration: (Edited by K.J. Ives), Noordhoof, lyden.

TILLER F.M. (1983). "Hydraulic deliquoring of compressible filter cake, part 1 : Reverse flow in filter presses." AIChE Journal **29**: 297-305.

TIQUIA S.M. & TAM N.F.Y. (1998). "Elimination of phytotoxicity during co-composting of spent pig-manure sawdust litter and pig sludge." Bioresource Technology **65**: 43-49.

TIQUIA S.M. (2002). "Evolution of extracellular enzyme activities during manure composting." J. Appl. Microb **92**: 764-775.

TREMIER A., DE GUARDIA A., MASSIANI C., PAUL E. & MARTEL J.L. (2005). "A respirometric method for characterising the organic composition and the temperature influence on the biodegradation kinetics, for a mixture of sludge and bulking agent to be co-composted". Bioresource Technol., **96**: 169–180.

TUNLID A. & WHITE D.C. (1990). Use of lipid biomarkers in environmental samples. Analytical Microbiology Methods, Fox Alvin: 259-274.

TUOMELA M., VIKMAN M., HATAKKA A. & ITAVAARA M. (2000). "Biodegradation of lignin in a compost environment: a review." Bioresource Technology **72**: 169-183.

VALDRIGHI M., PERA A., AGNOLUCCI M., FRASSINETTI S., LUNARDI D., & VALLINI G. (1996). "Effects of compost-derived humic acids on vegetable biomass production and microbial growth within a plant (*Cichorium intybus*)-soil system: a comparative study". Agriculture, Ecosystems and Environment, **58**: 133-144.

VALLINI G., PERA A., VADRIGHI A. & CECCHI F. (1993). "Process constraints in source-collected vegetable waste composting." Water Science and Technology **28**(2): 229-236.

VAN GINKEL J.T., VAN HANAGHEM I.A. & RAATS P.A.C. (2002). "Physical Properties of Composting Material: Gas Permeability, Oxygen Diffusion Coefficient and Thermal Conductivity." Biosystems Engineering **81**(1): 113-125.

VENGLOVSKY J., SASAKOVA N., VARGOVA M., PACAJOVA Z., PLACHA I., PETROVSKY M. & HARICHOVA D. (2005). "Evolution of temperature and chemical parameters during composting of pig slurry solid fraction amended with natural zeolite." Bioresource Technology **96**: 181-189.

VESILIND P.A. (1974). Treatment and disposal of wastewater sludges, Ann Arbor Science publishers, Inc., Ed. Ann Arbor. .

VESILIND P.A. (1988). "Capillary suction time as a fundamental measure of sludge dewaterability." Journal Water Pollution Control Federation **69**: 215-220.

VIEL M., SAYAG D. & ANDRE L. (1987a). Optimization of agricultural industrial wastes management through in-vessel composting. In Proceedings of the International Symposium on Compost: Production, Quality and Use, Udine, Italy, 17–19 April.

VIEL M., SAYAG D., PEYRE A. & ANDRE L. (1987b). "Optimization of in-vessel co-composting through heat recovery." Biological Wastes **20**: 167–185.

WAAS E., ADJADEME N., BIDEAUX A., DERIAZ G., DIOP O., GUENE O., LAURENT F., MEYER W., PFAMMATTER R., SCHERTENLEIB R. et TOURE C. (1996). Valorisation des déchets ménagers organiques dans les quartiers populaires des villes africaines. Genève, Suisse, SKAT, Ed. 142.

WAKEMAN R.J. et TARLERON E.S. (1999). Filtration Equipment Selection, Modelling and Process Simulation. Oxford, Elsevier Advanced Technology, Ed. 1st. 446.

WAN N., HWANG E-Y., PARK J-S. et CHOI J-Y. (2002). "Bioremediation of diesel-contaminated soil with composting." Environ. Pollut. **119**(1): 23–31.

WANG P., CHANG C.M., WATSON M.E, DICK W.A., CHEN Y. et HOITINK H.A.J. (2004). "Maturity indices for composted dairy and pig manures." Soil Biol. Biochem **36**: 767–776.

WARD A.S. (1987). Liquid filtration theory, Chapter 2. Filtration Principles and practices, Marcel Dekker Inc.

WEIL J.H. (1994). Biochimie générale. Paris, Dunod, Ed. 9 th. 506.

WILD P.M., PROVAN J.W. & GUIN R. (1999). "The effects of cyclic axial loading of single wood pulp fibres at elevated temperature and humidity." TAPPI J. **82**(4): 209-215.

WILLSON G.B. (1989). "Combining raw materials for composting." BioCycle **30**: 82-83.

WOLF M., BUCKAU G., GEKEIS H., THANG N.M., HOQUE E., SZYNCZAK W. & KIM J.I. (2001). "Aspect of measurement of the hydronamic size and molecular mass distribution of humic and fulvic acids". In Ghabour E.A. Davies G. (Eds.) Humic substances: Structures, Models and Functions. Royal Society of Chemistry. UK. p. 51-61.

WONG J.W.C., MA K.K., FANG K.M. & CHEUNG C. (1999). "Utilization of a manure compost for organic farming in Hong Kong." Bioresource Technology **67**(1): 43-46.

WU C.C., WU J.J. & HUANG R.Y. (2003). "Effect of floc strength on sludge dewatering by vacuum filtration." Colloids and Surfaces **221**(1-3): 141-147.

WU L. & MA L.Q. (2002). "Relationship between Compost Stability and Extractable Organic Carbon". J. Environ. Qual. **31**: 1323–1328.

YAMAMOTO H. & KOJIMA Y. (2002). "Properties of cell wall constituents in relation to longitudinal elasticity of wood". Wood Sci. Tech., **36**: 55-74.

ZHAO Y.Q., PAPAVALOPOULOS E.N. & BACHE D.H. (1998). Clogging of filter medium by excess polymer during alum sludge filtration. filtration and separation: 987.

ZORPAS A.A., ARAPOGLOU D. & PANAGIOTIS K. (2003). "Waste paper and clinoptilolite as a bulking material with dewatered anaerobically stabilized primary sewage sludge (DASPSS) for compost production." Waste Management **23**: 27-35.

Ce projet a pour but de répondre à une double problématique environnementale, en permettant de créer une nouvelle voie de valorisation des graisses alimentaires tout en réduisant le stock important de sciures produit par l'industrie forestière en leur apportant une valeur ajoutée. L'objectif est de remplacer les adjuvants de filtration actuels, onéreux et moins efficace avec les effluents graisseux, par des résidus lignocellulosiques permettant ainsi la mise sur le marché d'un adjuvant de filtration naturel facilitant la valorisation agronomique. L'étude consiste à déshydrater des effluents graisseux sur filtre-presse en utilisant des résidus lignocellulosiques comme adjuvant de filtration. La déshydratation permet de réduire les volumes de boues et de rendre solide des boues graisseuses liquides ce qui facilite leur manipulation notamment lors du transport. L'étude met en évidence le rôle joué par les sciures lors de la filtration ainsi que l'identification des caractéristiques optimales des adjuvants lignocellulosiques. Les effluents déshydratés ont été compostés en mélange avec des déchets verts. Le mélange est facilité par la structure solide des graisses évitant le phénomène de percolation à travers l'andain ainsi que la perte de graisse dans les lixiviats. Le compost a été analysé afin d'apprécier ses qualités en vue d'une utilisation agricole.

Mot clé : déshydratation, sciures, filtre-presse, compostage, lipides

The purpose of this project is to answer a double environmental problem, while allowing creating a new way of valorisation of fat sludge while reducing the important sawdust stock produces by forest industry in their bringing an added value. The study consists in dewatering greasy effluents on filter press with lignocellulosic residues like additive of filtration. Dewatering makes it possible to reduce sludge volume and to make solid of liquid fat sludge what facilitates their handling in particular during transport. The tests carried out on various types of greases underline the part played by the sawdust during filtration as well as the identification of the optimal characteristics of the lignocellulosic additive. The sludge dewatered were perforated mixes some with green waste. The mixture is facilitated by the solid structure of greases avoiding the phenomenon of percolation through the wind-row as well as the loss of grease in the leachate. The compost was analyzed in order to assess its qualities for an agricultural use. The purpose is to replace the current additives of filtration, expensive and less effective with fat sludge, by lignocellulosic residues thus allowing the launching of a natural additive of filtration facilitating agronomic valorisation.

Key word: dewatering, sawdust, filter-press, composting, lipids