

**Rapport final** février 2002

# **Valorisation énergétique (biogaz) d'huiles comestibles usagées par codigestion avec différents déchets d'origine agroalimentaire**

Rédigé par  
Yves Membrez; Hélène Fruteau de Laclos  
EREP SA  
Chemin du Coteau 28, 1123-Aclens

## **Mandant**

Programme de recherche énergétique Biomasse  
Office fédéral de l'énergie

## **Mandataire**

EREP SA  
Chemin du Coteau 28, 1123 Aclens

## **Auteurs**

Yves Membrez  
Hélène Fruteau de Laclos

Cette étude a été accomplie sur mandat de l'Office fédéral de l'énergie.  
Les auteurs sont seuls responsables du contenu et des conclusions.

## **Office fédéral de l'énergie**

Worblentalstrasse 32, CH-3063 Ittigen • Adresse postale : 3003 Berne  
Tél. 031 322 56 11 • Fax 031 323 25 00 • [office@bfe.admin.ch/bfe](mailto:office@bfe.admin.ch/bfe) • [www.admin.ch/bfe](http://www.admin.ch/bfe)

## **Distribution**

ENET  
Egnacherstrasse 69, CH-9320 Arbon  
Tél. 071 440 02 55 • Fax 071 440 02 56 • <mailto:enet@temas.ch>

## Ont collaboré à cette étude

Yves Membrez

Direction du projet, enquêtes, évaluation industrielle  
EREP SA. Chemin du Coteau 28. CH-1123 Aclens  
[yves.membrez@erep.ch](mailto:yves.membrez@erep.ch)

Dr Hélène Fruteau de Laclos

Coordination de l'expérimentation sur pilote  
EREP SA. Chemin du Coteau 28. CH-1123 Aclens  
[helene.fruteau@erep.ch](mailto:helene.fruteau@erep.ch)

Dr Jean-Paul Schwitzguébel

Supervision scientifique, bibliographie  
EPFL – Laboratoire de biotechnologie environnementale. CH-1015 Lausanne  
[jean-paul.schwitzguebel@epfl.ch](mailto:jean-paul.schwitzguebel@epfl.ch)

Aurélie Chappaz

Suivi technique et mise à disposition du digesteur-pilote  
VA TECH WABAG SUISSE SA, Bureau Suisse Romande. Rue des Deux-Gares 6.  
CH-1800 Vevey  
[aurelie.chappaz@vatech.ch](mailto:aurelie.chappaz@vatech.ch)

Romolo Cicciarelli

Analyses; rédaction des méthodes analytiques  
Ecole d'Ingénieurs du Valais. Route du Rawyl 47, CH-1950 Sion 2  
[romolo.cicciarelli@eiv.ch](mailto:romolo.cicciarelli@eiv.ch)

Antoine Fornage

Analyses; rédaction des méthodes analytiques  
Ecole d'Ingénieurs du Valais. Route du Rawyl 47, CH-1950 Sion 2  
[antoine.fornage@eiv.ch](mailto:antoine.fornage@eiv.ch)

Luc Favre

Assistance technique et contrôle de l'expérimentation sur pilote  
Station d'épuration de Châteauneuf-Sion. Av. Maurice Trolliet. CH-1950 Sion

Narcisse Beney

Assistance technique, exploitation de l'installation-pilote  
Station d'épuration de Châteauneuf-Sion. Av. Maurice Trolliet. CH-1950 Sion

---

**ainsi que lors de la phase 1 (janvier à septembre 2001)**

Nadia Zoppi

EREP SA. Chemin du Coteau 28. CH-1123 Aclens

François-Régis Mahrer

DIGESTO SA. 8, rue de Genève. CH-1125 Chêne-Bourg

Valérie Blanchard

EPFL – Laboratoire de biotechnologie environnementale. CH-1015 Lausanne

## Résumé

Valoriser par codigestion des huiles comestibles usagées avec des sous-produits agricoles ou agroalimentaires sans risques pour la santé humaine ou animale, et évaluer la faisabilité technico-économique d'un tel système, tels étaient les enjeux du présent projet.

A l'issue de la première phase de recherche bibliographique, un état de l'art a été réalisé sur la digestion des graisses en Suisse et en Europe. Les différents cosubstrats possibles ont été examinés, tant du point de vue biologique que du point de vue économique et stratégique. Le choix s'est finalement porté sur des déchets alimentaires de restauration collective, utilisés aujourd'hui pour l'affouragement porcin. Le concept proposé ouvre une nouvelle perspective pour la production de biogaz à partir de ces déchets dont la filière actuelle de valorisation est compromise par les nouvelles directives de l'Union Européenne.

Une deuxième phase expérimentale a consisté à définir les possibilités et les limites de la codigestion des huiles avec le cosubstrat. Cette partie a été réalisée dans un bioréacteur pilote de 690 litres. Les résultats ont montré que la codigestion des huiles avec les déchets de restauration est possible avec des performances intéressantes, pour autant que la proportion d'huiles soit limitée à 15% de la matière sèche du mélange. La production de biogaz a atteint 400-450 litres par kg DCO introduite, avec 60-65% CH<sub>4</sub>.

Dans la troisième partie de l'étude, un cahier des charges a été établi à partir des résultats précédents, afin de consulter des constructeurs d'installations de codigestion. Une simulation économique a été réalisée sur la base de l'offre la plus complète. Il apparaît que le résultat net du traitement est de + 3085 CHF par année, pour une installation traitant 9000 tonnes de déchets alimentaires et 200 tonnes d'huiles comestibles usagées.

La filière de traitement proposée permet donc de valoriser sous forme d'énergie renouvelable, les huiles comestibles usagées avec un cosubstrat lui-même problématique à moyen terme, et ce dans des conditions économiques favorables.

## Zusammenfassung

Gegenstand des vorliegenden Projektes ist die für Mensch und Tier risikolose Aufbereitung gebrauchter Speiseoele mittels Co-Vergärung und unter Zumischung von Abfallprodukten der Landwirtschaft- und Nahrungsmittelindustrie sowie die Prüfung der wirtschaftlich und technischen Durchführbarkeit eines solchen Projektes.

Während der ersten Phase wurde der Ist-Zustand der Fettvergärung in der Schweiz und in Europa bibliographisch erfasst. Die verschiedenen möglichen Co-Substrate wurden sowohl biologisch als auch aus wirtschaftlicher und strategischer Sicht geprüft. Die Wahl fiel schlussendlich auf Speiseabfälle der Gastronomie, welche bisher in der Schweinemast weiterverwendet wurden. Das vorgeschlagene Projekt öffnet der Verwertung von Speiseresten, welche zur Zeit durch neue EU-Richtlinien behindert wird, neue Perspektiven.

In der zweiten Phase wurden mittels verschiedenen Tests die Möglichkeiten und Grenzen der Co-Vergärung der Oele mit Co-Substraten praktisch überprüft. Diese Tests wurden in einem Pilot-Bioreaktor (690 Liter) durchgeführt. Die Resultate haben gezeigt, dass die Co-Vergärung von Oelen unter Zugabe von Speiseresten gute Werte erzielt, unter der Bedingung dass der Oelanteil 15% der getrockneten Masse nicht übersteigt. Die gesamte Biogasproduktion war 400-450 l/kg CSB in, mit 60-65% CH4.

Die Dritte Studienphase umfasste die Erstellung eines Pflichtenheftes, basierend auf den erhaltenen Resultaten, für die Konstrukteure solcher Co-Vergärungsanlagen. Während derselben Phase wurden Offerten zur Realisierung solcher Anlagen eingeholt. Die ausführlichste dieser Offerten diente als Basis einer Wirtschaftlichkeitsstudie. Aufgrund dieser Planrechnungen kann bei einer Anlage, ausgelegt auf 9000 t Speiseabfälle und 200 t gebrauchter Speiseoele, mit einem Nettoerlös von + CHF 3500.– p.a. gerechnet werden.

Die Vorgeschlagene Lösung erlaubt demzufolge eine wirtschaftlich interessante Möglichkeit der Wiederverwertung, in Form von erneuerbarer Energie, von gebrauchten Speiseoelen und Co-Substraten deren Entsorgung ihrerseits mittelfristig problematisch wird.

## Summary

The aim of this project was the valorisation of used edible oil by co-digestion together with agricultural of food waste, without any risk for human and animal health. It included the technical economical aspects.

In the bibliographic part a state of the art on fat digestion in Switzerland and Europe was done. The possible co-substrates were examined, under a biological aspect as well as economical and strategic aspects. Food waste from restaurants and canteens, that are used up to now for pig feeding, were retained. The co-digestion gives a new perspective for the valorisation of this kind of waste, whose traditional way of valorisation is compromised by the new EU directives.

The experimental part aimed to define the possibilities and limits for the co-digestion of used edible oil with food waste as co-substrate. The study was done in a 690 litres bio-reactor. The results showed that co-digestion of edible oil with food waste is feasible with interesting performances, if oil doesn't account for more than 15% of the mixture (on dry matter). Biogas production amounted to 400-450 litres per kg input COD, with 60-65% CH4.

Based on the observed results a tender document was done, in order to consult manufacturers of co-digestion plants. An economical simulation was realised on the basis of the most complete offer. This simulation revealed that a benefit of CHF 3500.– per year can be obtained for a plant processing 200 t/y edible oil and 9000 t/y food waste.

Co-digestion allows for valorisation of edible oil, together with a co-substrate whose traditional utilisation will not be possible in the future. It leads to the production of renewable energy, with a positive economical balance.

# Table des matières

<b>1. Situation initiale</b>	<b>7</b>
<b>2. Objectif de l'étude et démarche</b>	<b>8</b>
<b>3. Etude bibliographique</b>	<b>9</b>
3.1 Les résidus gras	9
3.2 Producteurs et collecteurs des huiles comestibles usagées	10
3.2.1 Collecteurs et transformateurs	11
3.2.2 Coûts	11
3.3 Biométhanisation des lipides organiques	12
3.4 Substrats et cosubstrats	12
3.4.1 Purin et lisier	13
3.4.2 Contenu de panse et sang de bovin	14
3.4.3 Déchets de restauration collective	14
3.5 Technologie de la méthanisation	15
3.6 La méthanisation des graisses en Europe	16
3.6.1 Expérience danoise	16
3.6.2 Expérience allemande	16
3.6.3 Expérience autrichienne	17
3.7 Cadre légal	17
3.7.1 En Suisse	17
3.7.2 Dans l'Union Européenne	18
<b>4. Etude expérimentale</b>	<b>20</b>
4.1 Introduction	20
4.2 Matériel et méthodes	20
4.2.1 L'installation pilote	21
4.2.2 Mesure et suivi	22
4.2.3 Méthodes d'analyse	22
4.2.4 Paramètres de fonctionnement	22
4.3 Caractérisation des substrats	23
4.3.1 Les déchets alimentaires de restaurants	23
4.3.2 Les huiles	23
4.4 Résultats de la codigestion	24
4.4.1 Démarrage de la codigestion	24
4.4.2 Période 1 : fonctionnement avec les lavures seules	25
4.4.3 Période 2 : addition 12 à 19% d'huiles – Charge totale : 5 g DCO/I · j	26
4.4.4 Période 3 : addition 25% d'huiles – Charge totale : 6 g DCO/I · j	26
4.4.5 Période 4 : arrêt des huiles – Charge totale de 3.5 g g DCO/I · j	27
4.4.6 Période 5 : addition 10 à 17% d'huiles – Charge totale 3 g DCO/I · j	28
4.4.7 Période 6 : addition 21% d'huiles – Charge totale 3 g DCO/I · j	28
4.4.8 Période 7 : addition 14% d'huiles et ajout d'émulsifiant	29

4.5	Bilans entrée-sortie	29
4.5.1	Rendement de dégradation de la matière organique	30
4.5.2	Rendement de minéralisation de l'azote organique	30
4.5.3	Composition du digestat	30
4.6	Composition du biogaz	31
4.7	Conclusions de l'étude expérimentale	31
4.8	Bilan matière et énergie	32
<b>5.</b>	<b>Evaluation de la faisabilité industrielle</b>	<b>33</b>
5.1	Introduction	33
5.2	Concept de traitement	33
5.3	Contribution à la gestion des huiles comestibles usagées	34
5.4	Consultation des constructeurs	34
5.4.1	Description de la digestion	35
5.4.2	Spécification des fournitures	35
5.4.3	Performances annoncées	36
5.4.4	Emprise de terrain	36
5.4.5	Investissement budgétaire	36
5.5	Coûts d'exploitation	36
5.5.1	Investissement	37
5.5.2	Coûts d'exploitation	37
5.5.3	Recettes	37
5.5.4	Coût résultant	38
5.6	Conclusion de l'évaluation industrielle	38
<b>6.</b>	<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>39</b>
<b>7.</b>	<b>Références bibliographiques</b>	<b>40</b>
<b>8.</b>	<b>Annexes</b>	<b>44</b>
8.1	Installations de codigestion au Danemark	44
8.2	Installations de codigestion en Allemagne	44
8.3	Synoptique du suivi du réacteur	46
8.4	Méthodes d'analyses	47
8.5	Evolution des paramètres de fonctionnement du bioréacteur	55
8.6	Cahier des charges pour la consultation	58
8.6.1	Déchets à traiter	58
8.6.2	Résultats des expérimentations en réacteur pilote	58
8.6.3	Description de l'installation demandée	59
8.7	Illustrations photographiques	60
8.8	Schémas VA TECH WABAG (évaluation industrielle) : méthanisation et épuration finale	64

## 1. Situation initiale

---

En 1998, la Suisse a produit près de 7700 tonnes d'huiles comestibles usagées. Ces déchets sont considérés comme des déchets spéciaux au sens de l'ordonnance du 12 novembre 1989 sur les mouvements de déchets spéciaux (ODS); ils y figurent sous le code n° 1741.

Le scandale du "poulet à la dioxine" qui a éclaté au début de l'été 1999, en Belgique, a conduit l'OFEFP à prendre des mesures visant à prévenir de tels événements en Suisse, en empêchant la contamination d'huiles comestibles par des huiles minérales. Cette dernière pratique est absolument incompatible avec une valorisation en alimentation animale.

Les dispositions en vigueur depuis août 1999 permettent d'envisager les filières d'élimination et de valorisation suivantes :

- pour les huiles comestibles usagées provenant des ménages : incinération en cimenteries de ces sous-produits dont la collecte sélective doit impérativement être poursuivie afin d'éviter qu'elles ne soient déversées dans les égouts;
- pour les résidus de dégraissage : incinération en cimenteries;
- pour les huiles comestibles usagées provenant d'établissements de restauration collective : certification de provenance suivie d'analyse afin de déterminer la filière applicable (fabrication de fourrage, digestion anaérobiose en usines de méthanisation de déchets verts, codigestion dans des digesteurs de boues d'épuration, valorisation par l'industrie oléochimique).

La filière de valorisation des huiles comestibles usagées par digestion anaérobiose occupe désormais une place sur la scène de l'élimination de ces sous-produits. Sa mise en œuvre dans le cadre d'infrastructures existantes (digesteurs de boues d'épuration ou de méthanisation de déchets verts) pouvant se heurter à certaines limitations liées par exemple à l'utilisation du substrat digéré, le développement d'un concept de codigestion spécifiquement adapté à la valorisation énergétique des huiles comestibles usagées et d'autres déchets de l'industrie agroalimentaire est de nature à contribuer à la solution de ce problème.

## 2. Objectif de l'étude et démarche

---

Cette étude vise à répondre aux questions suivantes :

- Quels déchets agricoles ou de l'industrie agroalimentaire sont susceptibles de servir de cosubstrats aux huiles comestibles usagées ?
- Parmi les déchets identifiés, quelles sont les meilleures associations et dans quelles proportions ?
- Quelles sont les possibilités et les limites d'un système de méthanisation destiné à codigérer des huiles comestibles usagées ?
- Quels sont les paramètres optimaux pour la stabilité du processus et les performances du système ?
- Le bilan de la matière résiduelle permet-il d'envisager une utilisation ultérieure, avec ou sans post-traitement ?
- Quels sont les aspects technico-économiques d'un développement industriel ?

Pour répondre à ces questions, la démarche adoptée comporte trois étapes :

Dans une première étape, une synthèse bibliographique permettra de caractériser les résidus gras en général et les huiles comestibles usagées en particulier, d'identifier les déchets pouvant servir de cosubstrats. Elle s'attachera également à caractériser les filières de production et de collecte des différents types de déchets. Elle permettra de faire un état des travaux réalisés sur la méthanisation des huiles et des graisses, tant au niveau scientifique (expérimentation en laboratoire) qu'au niveau de l'application industrielle. Enfin l'aspect législatif sera précisé.

Dans une deuxième étape, on réalisera une étude expérimentale de codigestion en bioréacteur pilote. Le cosubstrat sera choisi en fonction des éléments de la phase précédente. Les huiles comestibles usagées ainsi que le cosubstrat seront caractérisés. On recherchera les paramètres optimaux de fonctionnement du bioréacteur, et notamment la proportion huiles/cosubstrat. On établira les performances de la codigestion pour le(s) mélange(s) étudié(s) ainsi que les bilans de fonctionnement. On définira les paramètres limitants pour une application industrielle.

Une troisième et dernière étape aura pour objet l'évaluation de la faisabilité industrielle. Sur la base des résultats de l'étude expérimentale au stade pilote, une proposition technico-économique au stade industriel sera développée.

### 3. Etude bibliographique

---

#### 3.1. Les résidus gras

Les résidus organiques gras diffèrent en qualité suivant le secteur d'activité, le lieu et les voies de production. D'une manière générale cependant, ils possèdent les caractéristiques suivantes :

- liées à la nature physico-chimique des graisses : hydrophobicité (insolubilité aqueuse) et flottabilité en milieu aqueux (faible densité propre)
- liées aux voies de production : mélange avec d'autres composés organiques et inorganiques, présence d'eau en proportion variable.

Les principaux types de résidus organiques gras sont :

##### a) Les eaux résiduelles d'industries réalisant le pressage d'oléagineux

Ces eaux proviennent du lavage des fruits et d'eaux de procédé. De par leur voie de production, il s'agit de résidus le plus souvent très dilués. La matière organique comprend des lipides, des glucides, des polyalcools, des pectines et d'autres composés problématiques pour les bactéries méthanogéniques, tels que les tannins et les polyphénols. En Europe, les études et mises en œuvre de procédés anaérobies pour le traitement de ces eaux résiduelles concernent essentiellement les pays méditerranéens producteurs d'huile végétale comestible, en particulier l'huile d'olive. La présence de composés récalcitrants/inhibiteurs implique un prétraitement physico-chimique avant l'étape de digestion anaérobie.

##### b) La fraction grasse des déchets organiques ménagers triés à la source

La composition des déchets organiques ménagers varie considérablement d'un pays à l'autre avec les traditions culinaires et les pratiques de tri. Globalement, on y trouve de la cellulose, de la lignine, de l'hémicellulose, des protides et des lipides, à raison pour ces derniers de 6-10% de la matière sèche totale. La biodégradabilité des différents constituants varie également, la principale limitation venant du taux de solubilisation des composés ligno-cellulosiques.

##### c) Les résidus provenant de séparateurs de graisses

Ces résidus, solides et fortement chargés, proviennent de la séparation des composés gras contenus dans les eaux de lavage des installations de restauration collective et de l'industrie alimentaire (abattoirs, industrie de transformation de produits carnés et alimentaires, industrie laitière). Ils sont généralement mélangés avec du sable et des résidus protidiques.

##### d) Les boues flottantes

La séparation par flottation des matières colloïdales et en suspension des eaux de procédé produites en abattoirs est principalement à l'origine de ces boues. Elles contiennent une part variable d'eau et forment facilement de l'écume, vu leur composition riche en lipides et protides.

##### e) Les huiles et les graisses comestibles usagées

Ces résidus proviennent des fritures industrielles et de restauration collective. Hormis des restes alimentaires, séparables par filtration, ils sont dépourvus de substances contaminantes lorsque le tri à la source est garanti. De même, le contrôle des procédés de fabrication contribue à la formation d'un résidu de composition homogène. Les lipides organiques sont essentiellement composés de triglycérides, c'est-à-dire de trois molécules d'acides gras à longues chaînes (AGLC) liées à une molécule de glycérol. La présence de double(s) liaison(s) dans les molécules d'AGLC (insaturation) diminue le point de solidification. Ainsi, de par leur composition, les lipides végétaux sont généralement liquides à température ambiante contrairement aux lipides animaux trouvés sous forme de graisses. Les fritures à haute température (160-200°C) altèrent la

structure chimique des lipides organiques (hydrolyse, oxydations, etc.), libèrent des acides gras et entraînent la formation d'autres composés organiques. Les processus d'altération augmentent avec le nombre de cycles de chauffage, la température et l'humidité des aliments frits. Le tableau 1 résume les principales caractéristiques de la composition des résidus organiques gras.

**Tableau 1 : Composition des résidus organiques gras**

Résidus organiques gras	MS (%MF)	MSV (%MS)	DCO (g/l ou g/kg*)	lipides (%MS ou %MSV*)	protides (%MS)	C-tot (%MS)	N-tot (%MS)	NH <sub>4</sub> -N (%N-tot)	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%MS)	K <sub>2</sub> O (%MS)	Références
EPO	0,59	86	8-220	11,1*	nd	nd	nd	nd	nd	nd	10, 14, 24
DGMT	93,7	73	nd	6-37*	nd	42,6	1,54	nd	0,19	nd	7, 45, 54
RSG	25-70	96	600-800*	> 15-96,5	nd	nd	0,5-3,6	15-20	0,1-0,6	0,1-0,5	35, 37, 57, 58, 59, 64
RSG	5	84	116	28,6*	nd	nd	1,2	nd	nd	nd	15
BF	5-24	83-98	95-400*	17,7-44	20-54,8	nd	1-8	10-30	0,9-3	0,05-0,2	15, 35, 37, 55, 57, 58, 59, 64
HGCU	100	nd	nd	> 90	nd	76,4	< 0,05	nd	nd	nd	69

EPO : Effluent de Pressage d'Olives

DGMT : Déchets Gras Ménagers Triés

RSG : Résidus de Séparateurs de Graisses

BF : Boues Flottantes

HGCU : Huiles et Graisses Comestibles Usagées

nd : non défini

MF : Matières Fraîches, MS : Matières Sèches, MSV : Matières Solides Volatiles,

DCO : Demande Chimique en Oxygène

### 3.2. Producteurs et collecteurs des huiles comestibles usagées

La statistique ODS établie pour 1998 par l'OFEFP - Section déchets industriels donne l'information qui suit :

Code ODS	Type de déchet	Quantité 1997 [t/a]	Quantité 1998 [t/a]	Exportation [t/a]	Recyclage [t/a]	Incinération [t/a]	Traitement * [t/a]
1741	Déchets contenant de l'huile ou de la graisse comestible et boues de déshuileurs	9178	7778	1136 (DE ; NL)	1465	1056	4121

(\* "traitement = le preneur recycle, neutralise ou élimine lui-même le déchet")

La quantité d'huiles comestibles usagées produite par les établissements de restauration collective peut être évaluée sur la base des données suivantes :

a) production de restes de repas : 170 g/repas

Production d'huile usagée : 7 ml/repas

(Source : P. Tostain, P. Vauchaussade de Chaumont, ENTPE - "Les déchets de restauration collective dans la région lyonnaise", 1981)

- b) production annuelle totale de restes de repas en Suisse : 300'000 t/a  
 (Source : M. Jost, RAP-Posieux "Sinnvolles Verwerten von Lebensmittelresten", 1999)

Elle peut grossièrement être estimée entre 10'500 et 12'500 tonnes par an, ce qui dépasse largement les données de l'ODS et signale qu'une part non négligeable des huiles et graisses usagées est éliminée dans les égouts ou par des filières obscures.

### 3.2.1. Collecteurs et transformateurs

L'OFEFP, qui délivre les autorisations aux preneurs de déchets spéciaux, a établi une liste des principales entreprises éliminant ou recyclant des huiles comestibles usagées. Il s'agit de :

- 6 entreprises livrant principalement à l'incinération (cimenterie) : AMSTUTZ ALTÖL AG / Obfelden (ZH), CRIDEC SA / Eclépens (VD), SIBAG AG / Emmenbrücke (LU), SOVAG AG / Brügg (BE), ESR / Bioggio (TI) et ALTOLA AG / Olten (SO). Les cimenteries traitent 42'000 t d'huiles usées par an à UNTERVAZ (HCB) et REUCHENETTE (VIGIER).
- 7 entreprises valorisent ou exportent à l'étranger :

Fabrication de fourrage	Méthanisation en digesteur de déchets verts	Exportation (industrie oléochimique)
CENTRAVO AG Zurich (ZH)	KOMPOGAS Rümlang (ZH)	EKURA Hochdorf (LU)
ZÜGER PRODUKTION U. RECYCLING Galgenen (SZ)	VEGAS Aarberg (BE)	TROLLER Birsfelden (BS) TRAHAG Birsfelden (BS)

- Quelques stations d'épuration communales traitent des graisses industrielles et des huiles comestibles usagées dans des digesteurs de boues urbaines. Il s'agit notamment de celles de : KIESEN (BE), KONOLFINGEN (BE), ROCHE (VD) et, depuis novembre 1999, SAMNAUN (GR). Les STEP incinérant leurs boues éliminent également les résidus de séparateurs et les graisses (par exemple LAUSANNE).

L'enquête effectuée auprès de ces établissements permet d'établir la répartition par filière suivante (données 1999) :

Incinération en cimenteries	Fabrication de fourrage	Méthanisation/ codigestion	Exportation
HCB-HOLDERBANK Untervaz (GR) : ~750 t/a	CENTRAVO Zurich (ZH) : 2500-3000 t/a	KOMPOGAS Rümlang (ZH)	EKURA Hochdorf (LU) : 1200-1300 t/a
VIGIER Reuchenette (BE) : ~750 t/a	ZUGERGalgenen (SZ) : 600 t/a	VEGAS Aarberg (BE) ARA KIESEN ARA KONOLFINGEN STEP ROCHE (VD) : 270 t/a*	
~1500 t/a	3100-3600 t/a		

\* total des résidus de séparateurs, de fosses septiques et des huiles usagées.

### 3.2.2. Coûts

L'incinération en cimenterie est la filière économiquement la plus intéressante puisque le tarif pratiqué est de ±/fr. 0.– par tonne, franco usine.

La fabrication de fourrage s'effectue à des coûts qui dépendent de l'offre et de la demande. CENTRAVO facture actuellement fr. 50.– par fût de 200 kg aux restaurants qu'elle dessert via sa

filiale DIVOL AG, soit fr. 250.– par tonne. Ce prix comprend les frais d'analyses (fr. 50.– par tonne) prescrits par les directives de l'OFEFP du 2.8.1999.

L'exportation et la valorisation dans l'industrie oléochimique est effectuée par la société EKURA au prix de fr. 90.– par fût de 200 l, soit environ fr. 450.– par tonne. Les frais d'analyses représentent près de fr. 50.– par tonne.

L'élimination en usine d'incinération d'ordures ménagères n'est pas ou très peu pratiquée en raison des problèmes techniques et polluants (dioxines) posés par les huiles organiques. Des tarifs dissuasifs sont pratiqués par les usines d'incinération; par exemple : fr. 681.– par tonne par le Canton de Genève, pour les déchets contenant de l'huile ou de la graisse comestible (tarif 2000).

### **3.3. Biométhanisation des lipides organiques**

Un certain nombre de paramètres influencent le déroulement de la biométhanisation des huiles et des graisses comestibles usagées :

Le pH optimal se situe proche de la neutralité (6,8-7,8). La présence de certains couples acide/base ( $\text{H}_2\text{CO}_3/\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{H}_2\text{S}/\text{HS}^-$ ,  $\text{H}_2\text{PO}_4^-/\text{HPO}_4^{2-}$ ,  $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$ ) dans le milieu en digestion permet de tamponner les variations de pH dans cette zone.

L'équilibre de la digestion dépend de la non-accumulation de produits intermédiaires de dégradation. Ainsi, l'hydrolyse et l'acidification des lipides n'ont pas lieu à pH inférieur à 6, car l'accumulation de protons  $\text{H}^+$  entraîne le blocage de l'activité méthanogénique et, par rétroaction, de toute la chaîne syntrophiq. De même, toute accumulation d'acides gras à longues chaînes, à des concentrations de quelques millimolaires, est toxique pour les bactéries méthanogènes.

L'homogénéisation des lipides dans le bioréacteur et leur mise à disposition progressive à petites doses est fondamentale pour favoriser la dégradation et réduire l'accumulation d'acides gras intermédiaires. Plusieurs additifs ont été utilisés dans ce sens par divers auteurs: charbon actif, bentonite, émulsifiants (Tween 80, lécithines), calcium.

La biométhanisation des lipides organiques est un processus à haut potentiel de production de méthane (70%  $\text{CH}_4$  dans le biogaz), à condition de respecter un plan de charge progressif (acclimatation) et d'exclure tout choc de charge (toxicité).

Les populations bactériennes anaérobies poussant sur les lipides organiques diffèrent suivant la température du procédé. Les communautés bactériennes sélectionnées ne tolèrent que peu de variation de température.

En thermophilie, une bonne flocculation des espèces bactériennes et une conservation/recyclage de la biomasse active dans le bioréacteur sont particulièrement importants. Ceci est une des raisons pour lesquelles les procédés de contact anaérobie et de batch séquentiel conviennent bien, car ils permettent de découpler le temps de rétention hydraulique du temps de rétention des solides.

### **3.4. Substrats et cosubstrats**

La composition chimique des résidus organiques gras détermine s'ils peuvent être digérés seuls ou seulement après mélange avec d'autres résidus organiques de composition complémentaire sur le plan des éléments biogènes (codigestion). Ceci provient du fait que tous les besoins liés à la croissance des bactéries doivent être couverts par leur alimentation, en particulier un rapport C/N/P proche de 100/5/1. De ceci découle que certains résidus organiques gras hétérogènes (EPO, DGMT, RSG, BF) peuvent être dégradés seuls, moyennant parfois pré-traitement et apport de quelques nutriments déficitaires à l'amont du bioréacteur. Dans d'autres cas, la codigestion

avec des résidus riches en azote (protéines, acides aminés, ammoniac) est très favorable (RSG, BF), voire indispensable (HGCU).

Le tableau 2 donne les rendements de biogaz obtenus sur quelques déchets agroalimentaires, qui peuvent être codigérés avec des résidus organiques gras.

**Tableau 2** : Rendements en biogaz de quelques déchets agro-alimentaires

Types de résidus (cosubstrats)	Type bioréacteur	Température	MS (%MF)	MSV (%MS)	C/N	Prod. biogaz (Nm <sup>3</sup> /kg MSV*j)	Prod. CH <sub>4</sub> (Nm <sup>3</sup> /kg MSV*j)	Références
Purin de porcins	CSTR	m	4-7	77-85	5-10	0,48	0,2-0,3	35, 37, 64
Purin de bovins	CSTR	m	6-11	77-85	10-15	0,25	0,15-0,2	35, 37
Sang	CSTR	nd	19,4	80	4	0,6	0,425	37, 55, 61
Contenu de boyaux (porc)	nd	nd	11-15	80-87	17-21	0,5-0,6	0,2-0,3	37, 55, 57, 61
Contenu de pances frais	CSTR	m	11-19	80-88	14-21	0,3-0,36	0,2-0,4	35, 37, 55, 57, 61, 69
Jus de pressage pances	CSTR	m	4-5,7	66-81	1,5	nd	0,25-0,3	59, 61, 69
Déchets organiques ménagers	CSTR	m	60-75	30-70	40-80	0,45	0,2-0,6	35, 37, 55
Déchets de cuisine	CSTR	nd	9-20	90-95	15-20	0,8-0,82	0,5-0,6	37, 54, 64
Résidus d'œufs	CSTR	nd	nd	nd	nd	0,9	nd	55

\* CSTR : Completely Stirred Tank Reactor

m : mésophile

nd : non défini

Nm<sup>3</sup> : Normo-m<sup>3</sup>

En plus des paramètres biologiques et chimiques auxquels doivent satisfaire les cosubstrats potentiels, ils doivent également répondre à des critères technico-économiques qui sont notamment :

- ne pas contenir de substance toxique pour la digestion anaérobie;
- ne pas être classés dans des catégories présentant des risques d'hygiène;
- ne pas contenir des substances polluantes de nature à empêcher l'utilisation du produit issu de la digestion;
- présenter un problème économique d'élimination;
- disposer d'une infrastructure existante ou facile à mettre en place pour les collecter.

Quatre types de sous-produits ont été évalués :

### 3.4.1. Purin et lisier

Les données de l'Office fédéral de la statistique permettent de constater que globalement il n'y a pas de production excédentaire d'engrais de ferme par rapport aux surfaces disponibles pour l'épandage.

L'enquête effectuée auprès de l'Office fédéral de l'environnement, des forêts et du paysage (communication de Mme Marianne ALTORFER/Section protection des eaux, du 31.1.2000) a permis néanmoins de localiser des régions fortement excédentaires. Celles-ci sont situées dans les cantons de LUCERNE, SAINT-GALL et THURGOVIE.

Ces trois cantons ont été contactés et les réponses suivantes ont été données au sujet de l'idée consistant à codigérer huiles et purins :

- LUCERNE (communication de M. BLUM / Fachstelle für Ökologie, du 6.4.2000) : Sur les 17'000 UGBF (Unités Gros Bétail Fumure) concernées par des contrats d'épandage, une part représentant 4617 UGBF concerne des exploitations hors du canton de LUCERNE. Cette part pourrait être valorisée d'une autre façon. Elle représente approximativement 70'000 tonnes de purins/lisiers par an.
- THURGOVIE (lettre de M. BAUMGARTNER / Amt fur Umwelt, du 17.4.2000) : n'entre pas en matière car les engrais de ferme doivent être utilisés dans l'agriculture, conformément à l'art. 14 al. 2 de la Loi fédérale sur la protection des eaux.
- SAINT-GALL : pas de réponse à ce jour.

Vu la localisation de ces gisements, les purins/lisiers n'ont pas été retenus comme cosubstrat possible. La reproduction du "modèle danois" en Suisse n'est a priori pas envisageable en raison de la structure agricole du pays et des importantes distances de transport qui seraient nécessaires pour récolter les purins/lisiers excédentaires.

### **3.4.2. Contenu de panse et sang de bovin**

Afin d'identifier la problématique posée aux grands abattoirs (plus de 1000 t/a de poids vif abattu) par l'élimination de leurs déchets, une enquête a été lancée auprès de l'Office vétérinaire fédéral : les 18 grands abattoirs du pays sont implantés dans 10 cantons qui sont les suivants : VAUD (3), Fribourg (2), BERNE (2), SAINT-GALL (4), ZURICH (2), SOLEURE (1), LUCERNE (1), SCHAFFHOUSE (1), BÂLE-VILLE (1), SCHWYZ (1).

La statistique 1999 des animaux abattus (toutes espèces confondues) dans ces cantons révèle un total de 3'339'013 têtes.

Une enquête plus approfondie a été entreprise auprès des services vétérinaires cantonaux qui détiennent les données des abattoirs soumis à leurs contrôles. A ce jour, seuls VAUD, Fribourg et BERNE nous ont remis des données détaillées par abattoir, alors que ZURICH et SCHWYZ, invoquant la protection des données, nous ont renvoyés à l'OVF ou directement aux abattoirs ! Les quantités de contenus de pâtes ont pu être évaluées à 1550 t/a et le sang de bovin à 11'550 m<sup>3</sup>/a.

Ces deux cosubstrats sont intéressants car ils sont disponibles sur des sites définis et en quantités importantes, ce qui permettrait en cas de développement industriel du projet d'implanter une ou plusieurs unités de codigestion sur ces sites.

### **3.4.3. Déchets de restauration collective**

Selon GASTROSUISSE, organisation faîtière de la profession, 100'000 tonnes de déchets de cuisine et de repas sont produits par les grands établissements et le double par les homes, restaurants d'entreprises, hôpitaux et casernes, soit au total 300'000 tonnes par an.

Actuellement, 73% de ces sous-produits servent à nourrir des porcs et 27% vont en compostage ou à l'incinération.

Si ce gisement de déchets est particulièrement important et probablement intéressé par la recherche de solutions alternatives, il présente à priori l'inconvénient d'une grande dispersion des producteurs (28'300 établissements hôteliers et de restauration).

Par contre ce cosubstrat devient très intéressant dans l'hypothèse où d'importantes installations de préparation de soupe fourragère envisageraient de se reconvertis à une valorisation énergétique. Dans ce cas, la logistique de collecte resterait utilisable.

### 3.5. Technologies de la méthanisation

Le type de bioréacteur utilisé dépend essentiellement de la structure physico-chimique du substrat et de la charge organique appliquée. Comme mentionné précédemment, les chaînes d'acides gras comprenant sept atomes de carbone ou plus (AGLC) ne sont pas solubles dans l'eau et trouvées sous la forme de matières flottantes ou colloïdales (matières en suspension). Ainsi, sauf pour les résidus de pressage d'olive très dilués traités par UASB ou bioréacteur hybride, le système infiniment mélangé (CSTR) convient bien pour ce type de matières, car il offre une bonne homogénéisation, ainsi qu'un contact étroit et prolongé avec les matières à digérer. Les procédés de contact anaérobie et de batch séquentiel (SBR) ont l'avantage supplémentaire de permettre d'atteindre un temps de rétention des solides élevé (par recyclage ou décantation interne), favorable à la conservation des communautés bactériennes se développant sur les lipides (croissance lente des acétogènes syntropes).

Par rapport à la mésophilie, l'utilisation d'un procédé thermophile a l'intérêt de fluidifier les matières, en particulier les graisses encore solides à 35°C, et de contribuer, avec le temps de rétention élevé, à l'hygiénisation des matières en digestion, ce qui peut être d'autant plus intéressant suivant les cosubstrats utilisés. Par contre, la stabilité des bioréacteurs thermophiles digérant des graisses est plus difficile à maintenir si la charge varie.

Le tableau 3 indique les paramètres de biométhanisation des résidus organiques gras et de quelques cosubstrats potentiels.

**Tableau 3 : Paramètres de codigestion de résidus gras et de quelques cosubstrats**

Résidus gras	Cosubstrat	Bioréacteur	T (°C)	TRH (j)	Fraction graisse (% w/w ou v/v*)	Charge DCO ou MSV* (kg/m <sup>3</sup> j)	Abatt DCO ou MSV* (%)	Prod. biogaz (Nm <sup>3</sup> /kg MSV*j)	Prod. CH <sub>4</sub> (Nm <sup>3</sup> /kg MSV*j) ou (Nm <sup>3</sup> /kg DCO*j)*	Réf.
Oleate (AGLC)	/	EGSB	55	1	/	8	97		0,6	28
EPO	/	CSTR	55	15	/	3,5	90		0,41	14
EPO	/	UASB	nd	nd	/	16	70			24
EPO	/	hybride	35	0,75	/	8	89			14
DGMT	/	CSTR	35	nd	37% MSV	3,8-6*	72-77*	0,8-0,827		45, 54
DGMT	/	CSTR	35	20	6% MS	2,7*	58,7*	0,35*	0,22	45
DGMT	/	CSTR	55	nd	37% MSV	3,6-6*	80-85*	0,83-0,88		54
DGMT	/	biofiltre	35	10	32,3	nd	94		0,28-0,33*	16
RSG/BF	/	CSTR	55	15-20	/	2-4	70			15
G/BF	P, C, I	CSTR	55	12-25	20*	nd	nd	0,41		70
RSG	P	CSTR	nd	nd	70-80*	3-11,5*	89*	1,069	0,74	71
RSG	P, F	CSTR	m	27	68*	nd	nd	0,73		43
BF	BE	CSTR	nd	10-60	20*	nd	nd	0,75		55
HGCU	P, EA	CSTR	37	14,5	58	2,6*	nd	0,8		56
HGCU	P	CSTR	m	nd	nd	nd	nd		0,8-1,038	35, 64
HGCU	JP	CSRT	55	24	45% MSV	2,8	nd	0,46-1,2	0,29-0,84	69

BE : Boues d'Epuration (STEP), C : résidus Céréaliers, EA : Effluents d'Abattoirs,

F : Fumiers, G : Graisses, I : résidus d'Intestins, JP : Jus de pressage de contenus de Panses, P : Purins

m : mésophilie, t : thermophilie, nd : non défini

CSTR : Continuously Stirred Tank Reactor, EGSB : Expanded Granular Sludge Blanket,

UASB : Upflow Anaerobic Sludge Blanket, TRH : Temps de Rétention Hydraulique

## 3.6. La méthanisation des graisses en Europe

Trois pays européens abritent des réalisations dans lesquelles des graisses animales ou des huiles comestibles usagées sont incorporées en codigestion : le Danemark, l'Allemagne et l'Autriche.

### 3.6.1. Expérience danoise

En 1998, le Danemark a lancé un important programme d'installations de biogaz centralisées. Le concept prévoit des unités de grande capacité traitant des déjections animales avec des déchets organiques provenant d'industries ou de collectes sélectives auprès des ménages. A l'automne 1999, on dénombrait 20 installations de ce type dont les digesteurs présentent des capacités comprises entre 540 et 7500 m<sup>3</sup>, pour des capacités de traitement se situant entre 27 et 444 m<sup>3</sup> de déchets organiques par jour. Onze de ces réacteurs fonctionnent en régime thermophile (55°C) et les neuf autres en température mésophile (35°C).

Les dernières statistiques indiquent qu'un million de tonnes de fumier est traité dans ces installations de biogaz centralisées (soit 2,5% de la production totale du pays). Ceux-ci sont constitués à 51% de déjections porcines et pour 44% de fumiers bovins; le solde étant produit par des installations mixtes ou des élevages avicoles. Les cosubstrats ajoutés à ces sous-produits agricoles représentent de leur côté environ 325'000 tonnes. Ils sont constitués à 27% par des contenus intestinaux provenant d'abattoirs et à 53% par des boues de flottation (abattoirs, équarrissages, etc.). Les installations capables d'hygiéniser les déchets réceptionnent également des boues d'épuration (6,5%) et des déchets organiques ménagers triés à la source (0,5%).

Le tableau en annexe 1 présente les caractéristiques des installations de codigestion traitant des graisses ou des boues de flottation.

### 3.6.2. Expérience allemande

La filière allemande privilégie pour sa part des unités de codigestion implantées sur des installations agricoles.

En 1992 déjà, neuf agriculteurs valorisaient divers types de déchets graisseux dans leurs installations de biogaz. Les types et provenances de ces graisses sont décrits ci-dessous.

Substrat	Origine
Boues de flottation de graisse	Abattoirs
Boues de flocculation	Abattoirs de volailles
Suif de bœuf	Abattage à domicile
Huiles de friture usagées	Restauration
Mélange de graisses usagées (organique)	Etablissements de recyclage
Graisse de flottation	Fondoirs de graisses

Les redevances encaissées pour l'élimination de ces sous-produits se situaient entre 5 et 50 DM par tonne et la production spécifique de biogaz par codigestion de graisses de friture était estimée à 1,038 Nm<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> de graisse · jour.

Depuis le début des années nonante, le nombre des installations de biogaz s'est considérablement accru en Allemagne puisqu'un récent recensement indique qu'un millier de nouvelles installations agricoles sont opérationnelles depuis 1990, notamment en Bavière et Baden-Württemberg. Le tableau 1 en annexe 2 présente les données concernant quelques unes de ces réalisations.

Outre ces réalisations de taille agricole, plusieurs installations industrielles, comparables aux modèles danois, ont été mises en service ces dernières années, surtout dans les nouveaux "Länder". Elles sont présentées dans le tableau 2 en annexe 2.

A fin 1999, on dénombrait en Allemagne 14 installations de codigestion de plus de 10'000 t/a traitant au total près de 800'000 t/a de purins et fumiers et des déchets organiques non souillés.

### 3.6.3. Expérience autrichienne

En 1994, l'Autriche comptait 88 digesteurs de boues d'épuration, 15 installations d'épuration anaérobiose/aérobiose d'effluents industriels et environ 50 unités de biogaz agricole. Certaines de ces installations traitaient des déchets organiques. Cinq ans plus tard, le développement du biogaz agricole a suivi le même "boom" qu'en Allemagne avec 44 réalisations supplémentaires.

Les recommandations des instituts officiels autrichiens (Ökl-Merkblatt nr. 61) encouragent la codigestion en insistant sur le fait que les agriculteurs ne doivent pas devenir dépendant des fournisseurs de déchets.

Trois catégories d'installations agricoles de biogaz sont distinguées :

- I. celles qui ne digèrent que des fumiers;
- II. celles qui codigèrent des fumiers et au maximum 30% de sous-produits;
- III. celles qui traitent principalement des sous-produits et un peu de fumier.

Les substrats sortant des digesteurs des catégories I. et II. peuvent être utilisés comme fertilisants et être épandus sur des cultures. Ceux de la catégorie III. ne peuvent l'être que sous certaines conditions (haute teneur en fertilisants, hygiène et faible contenu en polluants).

Depuis le 1<sup>er</sup> mars 1998, une nouvelle législation prescrit que les huiles comestibles usagées, les graisses animales et la glycérine issue de la production de biodiesel ne sont plus classés parmi les déchets dangereux.

Les valeurs de dimensionnement publiées à l'usage des agriculteurs contiennent les indications suivantes :

Cosubstrat	m <sup>3</sup> biogaz/ t mat. fraîche
• Déchets de repas	80 – 120
• Contenus de séparation de graisses	100 – 400
• Graisses usagées	800 – 1000
• Herbe	50 – 80

## 3.7. Cadre légal

### 3.7.1. En Suisse

L'Ordonnance sur les mouvements de déchets spéciaux (ODS) s'applique à tout mouvement des déchets définis dans son annexe 2. Celle-ci classe sous le code 1741 les déchets contenant de l'huile ou de la graisse comestible et les boues de déshuileurs. En particulier, les entreprises qui réceptionnent ces huiles doivent être au bénéfice d'autorisations cantonales, alors que l'exportation d'huiles comestibles usagées non traitées doit être avalisée par l'OFEFP.

Avec sa circulaire du 2 août 1999, l'OFEFP définit les filières autorisées pour les différentes catégories d'huiles comestibles usagées :

### **1) Huiles comestibles usagées provenant des ménages**

Leur collecte sélective doit être poursuivie dans les centres publics. Elles doivent être incinérées, ainsi que les résidus de dégrasseurs dans des installations prévues à cet effet (cimenteries, notamment).

### **2) Huiles comestibles usagées et graisses provenant d'entreprises de restauration**

Leur provenance doit être certifiée par les documents prescrits par l'ODS. Elles doivent être échantillonnées et analysées pour permettre de détecter des substances étrangères (par exemple huiles minérales).

La teneur en hydrocarbures constitue le critère dictant les valorisations éventuellement possibles :

Teneur en hydrocarbures [mg/kg]	Filières admises
• jusqu'à 30	<ul style="list-style-type: none"><li>– traitement en vue de fabrication de fourrage</li><li>– méthanisation en digesteur de déchets verts</li><li>– codigestion en station d'épuration</li><li>– valorisation par l'industrie oléochimique</li><li>– incinération sur site approprié</li></ul>
• de 30 à 200	<ul style="list-style-type: none"><li>– valorisation par l'industrie oléochimique</li><li>– incinération sur site approprié</li></ul>
• 200 et plus	<ul style="list-style-type: none"><li>– incinération sur site approprié</li></ul>

Les huiles et les graisses comestibles usagées traitées conformément aux prescriptions (chauffage, élimination des solides, décantation de l'eau; produits satisfaisant à l'Ordonnance sur le Livre des aliments pour animaux) ne sont plus soumises à l'ODS.

Dans le cadre de la révision de l'ODS actuellement en discussion, il est envisagé de créer une nouvelle catégorie de déchets qui seraient soumis à analyses mais ne seraient plus des déchets spéciaux. Sont principalement concernés par cette modification : le bois usagé, les vieux pneus et les huiles comestibles usagées.

### **3.7.2. Dans l'Union Européenne**

Les résidus huileux organiques sont régis par la **directive relative aux déchets** du 15 juillet 1975 et par la **directive relative aux déchets dangereux** du 12 décembre 1991 complétant la première directive comme prévu à l'article 2, paragraphe 2. L'Union Européenne a adopté la **Convention de Bâle** en 1993 (Convention sur le contrôle des mouvements transfrontière de déchets dangereux et de leur élimination).

Il est à noter que la **directive concernant l'élimination des huiles usagées** ne s'applique pas aux huiles organiques, car les huiles usagées sont définies comme toutes les huiles industrielles ou lubrifiantes à base minérale.

De nombreuses décisions et résolutions du Conseil de l'Union Européenne complètent ces directives (annexes A et B).

Les Etats membres de l'Union Européenne doivent prendre les mesures nécessaires en vue de la mise en œuvre des directives au niveau national. Ils ont l'obligation de communiquer ce qui a été entrepris à la Commission Européenne (devoir d'information selon le Traité de l'Union Européenne).

Les directives suivantes ne donnent pas d'indications quant aux modes d'élimination à encourager en matière de déchets dangereux, elles donnent peu de recommandations techniques et se penchent surtout sur les principes de base de la gestion des déchets, de la protection de l'environnement, et sur l'obligation d'autorisation. La **résolution du Conseil sur la politique en matière de déchets** (90/051/CEE) mentionne trois étapes :

- réduction à la source de la production de déchets;
- encouragement du recyclage et de la réutilisation;
- incinération comme moyen utile de réduire le volume des déchets et de récupérer l'énergie, à condition qu'elle soit soumise à des normes appropriées.

La directive 91/689/CEE du Conseil de l'Union Européenne du 12 décembre 1991 relative aux **déchets dangereux**, légèrement modifiée en 1994 (94/031/CE), a pour but d'améliorer les conditions dans lesquelles les déchets dangereux sont éliminés et gérés, afin que la Résolution du Conseil en matière de déchets (annexe B) et le programme d'action des Communautés Européennes en matière d'environnement puissent être réalisés.

Elle permet notamment de :

- utiliser une définition précise et uniforme des déchets dangereux;
- veiller à ce que l'élimination et la valorisation fassent l'objet d'une surveillance aussi complète que possible.

Selon l'article premier, paragraphe 4, les déchets dangereux doivent figurer dans une liste établie ultérieurement à la constitution de la directive, tenant compte de l'origine, de la composition et éventuellement de valeurs limites de concentration. Pour répondre à la définition de déchets dangereux, ils doivent :

- posséder au moins une propriété énumérée dans l'annexe III;
- comporter au moins un constituant énuméré à l'annexe II;
- faire partie d'une catégorie ou type de déchets dangereux de l'annexe I.

Un Etat membre peut déclarer un déchet dangereux même s'il ne fait pas partie de la liste, s'il estime qu'il a une caractéristique énumérée à l'annexe III et qu'il le notifie à la Commission Européenne.

Les huiles et résidus graisseux organiques répondent à la définition suivante :

Annexe I.B : Catégories ou types de déchets dangereux, caractérisés par leur nature ou l'activité qui les a produits

- 19) savons, corps gras, cires d'origine animale ou végétale
- 38) huiles végétales

Annexe II : Constituants qui rendent les déchets dangereux

C51 : Les hydrocarbures et leurs composés oxygénés, azotés et/ou sulfurés non spécifiquement repris dans l'annexe.

Annexe III : Propriétés qui rendent les déchets dangereux

H14 : “écotoxique” : substances et préparations qui présentent ou peuvent présenter des risques immédiats ou différés pour une ou plusieurs composantes de l'environnement.

Les principes régissant les pratiques de collecte, de transport, d'élimination, d'identification et de tenue à jour de registres dans l'Union Européenne sont comparables à ceux prescrits en Suisse par l'ODS.

## 4. Etude Expérimentale

---

### 4.1. Introduction

Cette partie présente les résultats obtenus pendant la phase d'expérimentation en réacteur pilote.

Le cosubstrat retenu pour l'étude est représenté par les déchets alimentaires de restaurants, pour les raisons suivantes :

- la valorisation traditionnelle en alimentation animale n'est plus assurée dans l'avenir
- la logistique de collecte est réutilisable

Les quantités annuelles collectées en Suisse auprès des restaurants sont de :

- 300 000 tonnes de déchets alimentaires
- 7000 tonnes d'huiles comestibles usagées

Le rapport huiles/déchets alimentaires est donc en moyenne de 2.3/100 en poids brut.

Les déchets alimentaires de restaurants communément appelés "lavures", utilisés dans cette étude, sont collectés par un éleveur de porcs de la région lausannoise (VD), et transformés en soupe fourragère par broyage et cuisson à 70°C. Les huiles comestibles usagées sont des huiles de friture provenant d'un établissement Mc Donald's, à Sion (VS).

Le réacteur pilote a été fourni en location par la société VA TECH WABAG SUISSE SA. Il a été installé sur la station d'épuration de Sion-Châteauneuf (VS) et opéré par le personnel de la station. Le suivi analytique a été assuré par le laboratoire de Chimie analytique de l'Ecole d'Ingénieurs du Valais. La durée totale d'expérimentation a été de 9 mois.

### 4.2. Matériel et méthodes

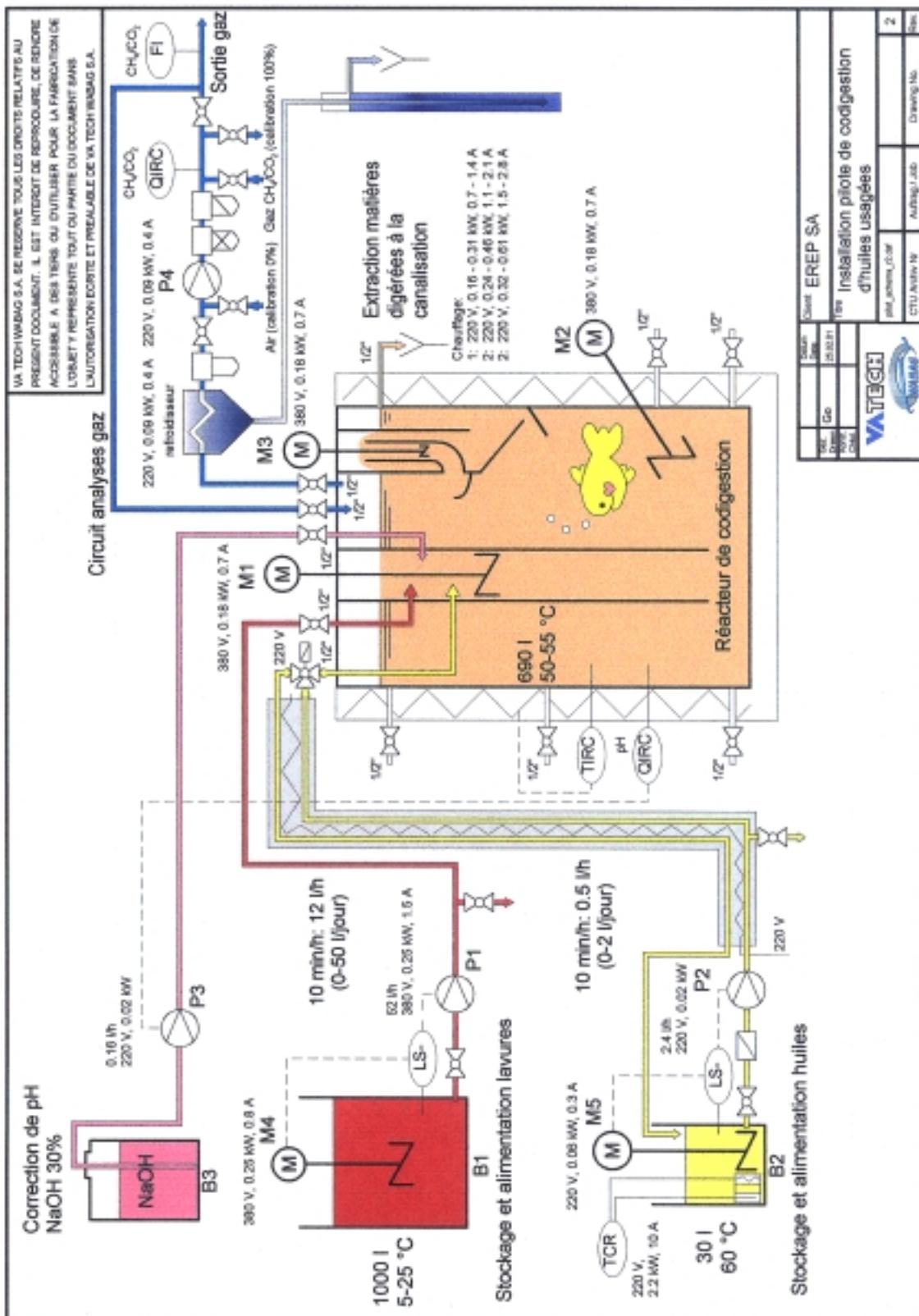
#### 4.2.1. L'installation pilote

Elle est représentée sur la figure 1.

Le réacteur de 690 litres utiles est de type infiniment mélangé, disposant de 3 agitateurs mécaniques internes.

Il est alimenté par des pompes programmables à partir de deux cuves de stockage des substrats. La cuve contenant les lavures est agitée par un agitateur programmable, afin d'homogénéiser le substrat avant et pendant le pompage. La cuve contenant les huiles est agitée et thermostatée pour maintenir les huiles liquides. Le réacteur est alimenté 7 jours sur 7 par séquences de quelques minutes toutes les 1 à 3 heures.

**Figure 1** : Schéma de l'installation pilote



Le réacteur est équipé d'une mesure en ligne du pH et d'un système de régulation automatique par de la soude. Le point de consigne est réglé à 7.0.

#### 4.2.2 Mesures et suivi

Un tableau synoptique du suivi est représenté en annexe 3.

##### Sur les substrats

Chaque semaine, le nouveau lot de lavures est analysé pour sa teneur en matière sèche (MS), matière volatile (MV), et azote total (N tot). On a effectué également une douzaine d'analyses de protéines, graisse totale, cellulose, et Demande Chimique en Oxygène totale (DCO tot).

Les huiles étant homogènes, 2 caractérisations analytiques complètes ont été effectuées.

##### Sur le bioréacteur

Le volume de biogaz est mesuré par un débitmètre totalisateur. Le volume est relevé chaque jour ouvrable. Le volume est corrigé par la température ambiante et exprimé en Normo-litres.

La composition du biogaz en méthane ( $\text{CH}_4$ ) et dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) est analysée 5 jours par semaine. La teneur en  $\text{CH}_4$  est ramenée au total  $\text{CH}_4+\text{CO}_2$ .

La température dans le réacteur ainsi que le pH sont relevés 1 fois par jour.

##### Sur le digestat

Un échantillon de matières digérées (digestat) est prélevé par un piquage au milieu du réacteur chaque semaine. On analyse :

- Les teneurs en MS et MV
- La teneur en azote ammoniacal ( $\text{N}-\text{NH}_4^+$ ), inhibiteur potentiel connu de la méthanisation
- La teneur en Acides Gras Volatils (AGV), intermédiaires clés dans la digestion anaérobique
- L'alcalinité, exprimée en équivalent  $\text{CaCO}_3$

Ponctuellement on analyse de plus :

- La teneur en graisse résiduelle
- Les Acides Gras Longs (AGL), issus de la dégradation des huiles et des graisses, et inhibiteurs connus de la méthanisation
- Ponctuellement la teneur en sels (P, K, Ca, Na) dans l'optique d'un post-traitement

#### 4.2.3 Méthodes d'analyses

Les méthodes d'analyses sont détaillées en annexe 4.

#### 4.2.4 Paramètres de fonctionnement

La température du bioréacteur est maintenue à 50°C ( $\pm 2^\circ\text{C}$ ). Cette température permet de maintenir la fluidité des huiles comestibles usagées qui sont figées à température ambiante.

Le temps de rétention hydraulique (TRH) minimum est fixé à 30 jours ( $\pm 2$  jours), afin de favoriser la dégradation des huiles, dont on sait que la vitesse est limitée par la surface réduite accessible aux bactéries du fait de leur insolubilité dans l'eau.

La teneur en matière sèche des lavures est limitée à 10%, afin de maintenir une concentration en azote ammoniacal dans le réacteur inférieure à 3 g/l, seuil de toxicité pour ce composé. Le taux de minéralisation de l'azote organique sera suivi pour une extrapolation des conditions à l'échelle industrielle.

## 4.3 Caractérisation des substrats

### 4.3.1 Les déchets alimentaires de restaurants

Pendant la durée de l'expérimentation, un lot de lavures fraîches a été livré chaque semaine sur l'installation. Pour les besoins de l'expérimentation, ces lavures sont ensuite tamisées à 10 mm. La composition des lavures (avant tamisage) est dans le tableau 4.

On remarque que les lavures ont déjà une **teneur en graisse** élevée, représentant plus de **20% de la matière sèche**.

**Tableau 4** : Composition des lavures

Matière sèche (MS) moyenne %	10.4 %
Mini - max	6.7 % - 13.7 %
Matière volatile (MV) moyenne %/sec	92.5 %
Mini - max	90.8 % - 93.8 %
DCO g O <sub>2</sub> /l	180 g /l
DCO / MSV : g O <sub>2</sub> / g MSV	1.4
Carbone total %/sec	42 %
Azote total (N tot) %/sec	3.3 %
C/N	12.7
Phosphore total (P tot) %/sec	0.2 %
Potassium (K ) %/sec	0.75 %
Calcium (Ca) %/sec	0.77 %
Sodium (Na) %/sec	1.1 %
Protéines %/sec	21 %
Graisses totales %/sec	21 %/
Acides Gras (> C10) %/sec	10.8 %
Cellulose %/sec	2.8 %

### 4.3.2 Les huiles

Elles sont livrées une fois par quinzaine et stockées à température ambiante avant utilisation. A cette température, elles sont sous forme solide. Leur composition est reportée dans le tableau 5.

A volume égal, les huiles représentent un potentiel polluant mais aussi un potentiel biogaz **13 fois plus élevé** que les lavures. Exprimé par rapport à la matière sèche les huiles comestibles usagées représentent **14% du gisement** global (déchets alimentaires + huiles) des déchets de restaurants.

**Tableau 5** : Composition des huiles

Matière sèche (MS)	99.9 %
Matière volatile (MV) %/sec	99 %
Carbone total %sec	76.4 %
Azote Total (N tot) %/sec	< 0.05 %
Demande Chimique en Oxygène (DCO) g O <sub>2</sub> /l	2420 g/l
DCO/MSV g O <sub>2</sub> / gMS	2.4
Graisses totales	99%
Acides Gras (> C10)	90.5%

## 4.4 Résultats de la codigestion

La figure 2 permet de visualiser les différentes périodes de l'expérimentation, d'après le mélange introduit dans le réacteur.

Le tableau 6 résume les résultats, par période.

On trouvera en annexe 5 l'évolution des paramètres suivants, sous la forme de moyennes hebdomadaires:

- Figure 1 a) : Charge du réacteur et production de biogaz
- Figure 1 b) : Rendement spécifique en méthane
- Figure 2.a) : Alcalinité et azote ammoniacal
- Figure 2.b) : Acides Gras Volatils
- Figure 2.c) : Teneur en  $\text{CH}_4$  et pH
- Figure 3.a) : Bilan entrée-sortie sur la matière organique
- Figure 3.b) : Bilan entrée-sortie sur l'azote

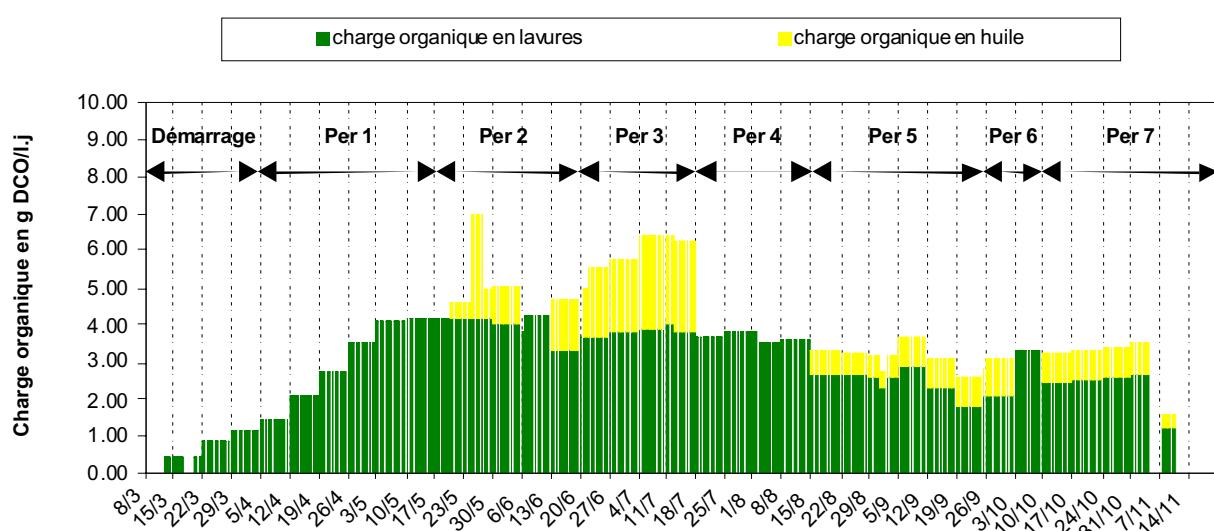
### 4.4.1 Démarrage de la digestion

Durée : semaines 1 à 5.

Le bioréacteur a été inoculé avec 400 litres de boues digérées de la station d'épuration de Sion-Châteauneuf, et 100 litres de jus de pressage de digestat de déchets ménagers provenant de l'usine de méthanisation de Villeneuve.

Après stabilisation de la température, le réacteur est alimenté avec les lavures seules. La charge est très progressivement augmentée afin de mettre en place l'écosystème biologique. Cette phase de démarrage a duré 4 semaines.

**Figure 2 : Les différentes périodes de l'expérimentation**



**Tableau 6 : Synthèse des résultats d'expérimentation par périodes**

Période	Démarrage	1	2	3	4	5	6	7
Semaines	1 - 5	6-12	13-17	18-20	22-24	25-30 33-34	31	35-38
<b>Alimentation</b>								
Matière Sèche (MS) g/l	50	50 – 100	107	118	82	87	96	Emulsifiant
MS Volatile (MSV) g/l	46	46 – 92	99	111	76	82	90	93
DCO g/l	66	66 – 131	158	186	100	118	138	87
Proportion d'huiles							21	126
% sur sec	0	0	16	25	0	13	34	14
% sur DCO	0	0	26	37	0	23		24
Teneur en graisses totales								
% sur sec	21	21	38	41	21	31	37	32
<b>Charge du réacteur</b>	6							
Lavures (g DCO/l.j)	0 – 1.2	1.5 – 4.2	3.8	3.9	3.4	2.4	2	2.5 – 0
Huiles (g DCO/l.j)	0	0	1 – 1.5	2 – 2.5	0	0.7	1	0.8 – 0
Total (g DCO/l.j)	0 – 1.2	1.5 – 4.2	4.8 – 5.3	5.9 – 6.4	3.4	3.1	3	3.2 – 0
TRH (*) en jours	∞ – 57	45 – 31	31	31	31	34	45	40 – ∞
<b>Rendement en biogaz</b>								
NI/kg MSV (*)		669	679	546	586	586	488	322
NI/kg DCO		452	424	325	431	405	320	222
Teneur en CH4		65.9	60.6	56.6	62	62.2	65	65.8
<b>Rendement en méthane</b>								
NI/kg DCO		298	257	184	267	252	208	146
% du max théorique		85	74	53	77	72	59	42
<b>Rendement de dégradation</b>								
En % de la MSV		-	84	86	81	83	86	56

#### 4.4.2 Période 1 : fonctionnement avec les lavures seules

Durée : semaines 6 à 11

Compte tenu de la forte teneur initiale en graisses des lavures, une période préalable d'adaptation avec les lavures seules nous a semblé nécessaire avant l'addition des huiles. La charge est augmentée progressivement de 1 à 4 g DCO/l.j.

##### Production de biogaz

La production de biogaz augmente parallèlement à la charge. Le rendement spécifique en méthane est de 298 NI/kg DCO introduite, soit 85% de la production maximale théorique. Ce rendement est conforme aux meilleurs résultats de la littérature pour un substrat comparable.

##### Stabilité

Les acides gras volatils et l'acétate en particulier restent quasi-nuls, traduisant une bonne stabilité de l'écosystème. La teneur en CH<sub>4</sub> du biogaz est de 66% en moyenne. Le pH se stabilise aux environs de 7.5.

#### 4.4.3 Période 2 : addition 12 à 19% d'huiles - Charge totale : 5 g DCO/I.j

Durée : semaines 12 à 17.

La charge en lavures est stabilisée à  $\pm$  4 g DCO/I.j. Les huiles sont ajoutées avec une charge spécifique comprise entre 0,4 et 1,6 g DCO/I.j, soit une charge globale de 4,4 à 5,6 g DCO/I.j.

Les huiles représentent alors 12 à 19% de la MS du mélange.

Durant la semaine 13, un dysfonctionnement au niveau de la commande de la pompe d'alimentation provoque l'addition d'une quantité d'huiles beaucoup plus importante portant la charge totale introduite à 7 g DCO/I.j pendant 3 jours. La production de biogaz a augmenté instantanément, ce qui montre que la dégradation des huiles commence rapidement.

Semaine 15, l'addition des huiles est interrompue à cause d'un problème mécanique avec la pompe d'alimentation : le clapet est obturé par une croûte de sel blanche, vraisemblablement du sel de cuisine. A l'avenir, la clapet sera démonté et nettoyé préventivement chaque semaine.

##### Production de biogaz

Durant les 4 semaines où la charge spécifique en huile a été comprise entre 1 et 1.6 g DCO/I.j, la proportion moyenne d'huile dans le mélange est de 16 % (/sec), le rendement en méthane a été en moyenne de 257 Nl/kg DCO<sub>in</sub>, soit 74% de la production maximale théorique.

On remarque que le rendement en méthane est moins élevé qu'avec les lavures seules, ce qui suggère que les huiles ne sont pas complètement dégradées.

##### Stabilité

La concentration en acéate a augmenté à plus de 5 g/l dès l'introduction massive (et involontaire) des huiles à la semaine 13, confirmant que l'addition trop rapide des huiles provoque un déséquilibre de la digestion. L'acéate reste ensuite à des concentrations entre 3 et 6 g/l, ce qui est assez élevé : une inhibition modérée semble s'exercer sur les méthanologènes acétotrophes.

#### 4.4.4 Période 3 : addition 25% d'huiles- Charge totale 6 g DCO/I.j

Durée : semaines 18 à 20.

A partir de la semaine 18 la charge spécifique en huiles est encore augmentée : 2 puis 2,5 g DCO/I.j. Soit une charge globale de 5,9 à 6,4 g DCO/I.j. Les huiles représentent alors 22 à 26% de la MS du mélange, et les **graisses totales 41%**.

##### Production de biogaz

La production de biogaz a tendance à diminuer et le rendement spécifique en méthane chute à 184 l/kg DCO<sub>in</sub>, soit environ 50% de la production théorique, durant les semaines 19 et 20.

##### Stabilité

L'acéate reste stable, à des concentrations de 5 g/l environ. L'augmentation de la proportion d'huiles et de la charge ne provoque pas d'accumulation supplémentaire de l'acéate. La teneur en CH<sub>4</sub> diminue encore à 56,6% en moyenne.

##### Analyse du digestat

Pendant cette période, la teneur en graisses totales et les Acides gras longs ont été analysés sur le digestat.

La concentration en graisses résiduelle est de 1 g/l dans le digestat pour une concentration dans l'alimentation de 37 g/l. On ne décèle donc pas d'accumulation des graisses.

La concentration totale en acides gras longs (supérieurs à C 10) est également de 1 g/l, dont :

acide palmitique (C16 : 0) :	200 à 300 mg/kg
acide stéarique (C18 : 0) :	100 à 200 mg/kg
acide oléique (C18:1) :	100 à 300 mg/kg
acide linoléique (C18:2) :	0 à 100 mg/kg

Ces concentrations sont proches des seuils inhibiteurs mentionnés dans le littérature, soit 300 à 1500 mg/l selon les auteurs et les conditions.

#### Conclusion

On observe deux phénomènes :

- un phénomène d'inhibition modérée sur les acétoclastes, se traduisant par une concentration en acétate élevée mais relativement stable
- un phénomène de limitation de la dégradation des graisses, se traduisant par une diminution du rendement en biogaz lors de l'augmentation de la proportion d'huiles, mais qui ne s'accompagne pas d'une accumulation de l'acétate.

La charge totale est de 6,3 g DCO/l·j, ce qui est élevé pour un réacteur de type infiniment mélangé. Les huiles représentent 25% de la matière sèche soit 37% de la DCO du mélange. Les graisses totales (graisses des lavures et huiles) représentent plus de 40% de la matière sèche et environ la moitié de la DCO du mélange. La charge spécifique en graisses est donc très élevée (plus de 3 g DCO/l·j), ce qui pourrait expliquer une concentration en acides gras longs (AGL) à la limite des seuils d'inhibition.

La limitation de la dégradation des graisses serait plutôt due à un phénomène purement physique de dispersion dans la phase liquide et donc d'accessibilité à l'attaque bactérienne.

#### **4.4.5 Période 4 : arrêt des huiles - Charge totale de 3,5 g DCO/l·j**

Durée : semaines 21 à 24.

L'addition des huiles est stoppée semaine 21. La charge totale est de fait abaissée à 3,5 g DCO/l·j.

#### Rendement en biogaz

La production de biogaz ne diminue pas, et de fait le rendement spécifique en méthane augmente à 340 Nl/kg DCO soit près de 100% de la dégradation maximale. Cette valeur élevée est vraisemblablement due au fait que de la matière organique non dégradée les semaines précédentes est dégradée au cours de cette semaine-ci. Malheureusement des problèmes techniques ont perturbé la mesure de la production gazeuse durant les semaines 23 et 24.

#### Stabilité

Dans le même temps les AGV s'accumulent transitoirement à 6 g/l puis diminuent légèrement. Le pH chute, alors que la teneur en CH<sub>4</sub> remonte.

## Conclusion

Tout se passe comme si une dégradation intense se déroulait transitoirement dans le digesteur. Cette reprise pourrait être attribuée à l'arrêt des huiles mais aussi à la diminution de la charge globale, qui passe de fait de 6,3 à 3,7 g DCO/I·j.

Aussi dans la suite de l'expérimentation, la charge totale sera maintenue constante et à une valeur assez basse, afin de considérer uniquement l'effet de l'augmentation de la proportion des huiles.

### **4.4.6 Période 5 : addition 10 à 17 % d'huiles – charge totale 3 g DCO/I·j**

Durée : semaines 25 à 30, et 33 à 34.

On reprend l'addition progressive des huiles, mais la charge totale est maintenue entre 3 et 3,5 g DCO/I·j. La charge spécifique en lavures est donc abaissée proportionnellement.

#### Production de biogaz

La production de biogaz n'a pu être mesurée durant les semaines 25 et 26. La productivité moyenne en méthane sur les 6 autres semaines est de 252 Nl/kg DCO<sub>in</sub>, soit 72% du rendement maximum théorique.

Ceci est comparable avec les rendements obtenus à plus forte charge durant la période 2.

#### Stabilité

La concentration en acétate reste entre 3 et 5 g/l. La digestion est en phase stabilisée bien que non optimale.

#### Ouverture du bioréacteur

Afin de visualiser l'état de la matière à l'intérieur du bioréacteur, on décide de démonter la partie supérieure de celui-ci. A l'ouverture du bioréacteur, on observe à la surface une croûte mi-dure de 5 cm environ d'épaisseur. L'analyse montrera que cette croûte est constituée par 72 % de matière grasse (sur sec).

On peut donc en conclure que le système d'agitation du bioréacteur pilote n'est pas bien adapté pour la digestion d'un tel mélange riche en graisses. Cette importante observation devra être prise en compte lors de l'évaluation de la faisabilité industrielle.

### **4.4.7 Période 6 : addition 21% d'huiles – charge totale 3 g DCO/I·j**

Durée : semaine 31

Durant la semaine 31 la proportion d'huiles a été augmentée à 21%. Toutefois la baisse immédiate de productivité en gaz nous a amené à stopper l'alimentation en huiles la semaine suivante.

#### Production de biogaz

La productivité en méthane diminue pour atteindre 208 Nl/kg DCO<sub>in</sub>, soit 59% de la production maximale théorique

#### Stabilité

On ne remarque pas de déstabilisation, la concentration en acétate ayant même tendance à diminuer.

## Conclusion

On confirme donc qu'une proportion d'huiles supérieures à 15% entraîne une nette diminution des rendements dans le cadre de la codigestion avec des lavures, et ce même à charge totale faible. On limitera donc la proportion d'huiles à cette valeur pour une application industrielle.

### **4.4.8 Période 7 : addition 14% d'huiles et ajout d'émulsifiant**

Durée : semaines 35 à 38.

La proportion d'huiles est maintenue à sa valeur moyenne, pour une charge totale de 3,2 g DCO/l·j. On décide d'ajouter dans le bioréacteur un émulsifiant pour favoriser l'émulsion des huiles et donc leur dégradation.

L'émulsifiant choisi est un additif alimentaire donc non toxique, utilisé en alimentation animale pour améliorer la digestibilité des graisses. Il s'agit de ricinoléate de glycéryl PEG. La dose employée est celle appliquée en alimentation animale, soit 5% de la matière grasse.

## Stabilité

L'addition de l'émulsifiant provoque une acidification rapide et intense de la digestion. La concentration en acétate augmente dès la 2<sup>e</sup> semaine à plus de 9 g/l. Le pH chute au dessous de 7,0, amenant pour la première fois de l'expérimentation la mise en route du système de régulation de pH par addition de soude. Ceci explique l'augmentation de l'alcalinité mesurée sur le digestat.

## Production de biogaz

La productivité en méthane diminue régulièrement sur la période. En moyenne elle est de moins de 150 Nl/kg DCO<sub>in</sub>, soit 42% de la production théorique.

## Analyse du digestat

La concentration en graisses totales dans le digestat à la fin de cette période est de **21 g/kg**, pour une concentration dans l'alimentation de 30 g/kg. La concentration totale en acides gras longs est de 20 g/kg de digestat, soit bien supérieure aux seuils d'inhibition de la littérature. Ceci signifie que les graisses que l'on retrouve dans le digestat sont complètement hydrolysées, et que l'inhibition est bien ciblée sur la méthanogénèse.

## Conclusion

La première hypothèse à considérer est la toxicité de l'émulsifiant sur les bactéries méthanogènes. Toutefois, l'ensemble des phénomènes observés font plutôt penser que l'émulsifiant a "trop bien" joué son rôle, rendant soudainement accessible aux bactéries les graisses non dégradées qui s'étaient accumulées dans le bioréacteur vraisemblablement sous forme flottante à la surface des matières car non détectées dans le digestat extrait à mi-réacteur. Les acides gras longs produits par l'hydrolyse des graisses ont alors provoqué l'inhibition des bactéries méthanogènes, dépassant largement le seuil d'inhibition connu qui est de l'ordre de 1 à quelques g/l.

L'utilisation d'un émulsifiant sera donc à considérer avec prudence dans le cadre d'une application industrielle.

## **4.5 Bilans entrée-sortie**

Les bilans entrée-sortie sont réalisés à partir des analyses sur le mélange entrant et le digestat. Il faut noter que le point de prélèvement du digestat se situe à environ la moitié de la hauteur du bioréacteur.

#### **4.5.1 Rendement de dégradation de la matière organique**

D'après les mesures réalisées, le rendement de dégradation de la matière organique est stable jusqu'à la dernière période, dans une fourchette de 81% à 86%. Selon ce paramètre, le taux de dégradation serait donc constant quels que soient les paramètres de fonctionnement du réacteur.

Or la variation de productivité en gaz contredit formellement ce résultat. Il faut donc en conclure que les prélèvements effectués sur le bioréacteur ne sont pas représentatifs de la composition moyenne dans le bioréacteur, c'est-à-dire que le contenu du réacteur n'est pas homogène. L'observation de la croûte en surface des matières confirme le fait qu'une partie des matières grasses s'accumule dans le bioréacteur.

L'interprétation de bilans entrée-sortie implique donc d'être certain de l'homogénéité de l'ensemble du volume d'un réacteur.

Durant la dernière période, on observe une chute du rendement de dégradation correspondant à une augmentation soudaine de la concentration en matière organique dans le digestat. Ceci est en accord avec l'augmentation de la concentration en matière grasse dans le digestat (cf. § 4.4.8) et corrobore l'hypothèse de l'action de l'émulsifiant : les graisses accumulées ont tendance à se disperser dans le réacteur.

#### **4.5.2 Rendement de minéralisation de l'azote organique**

Le bilan sur l'azote est effectué à partir des mesures d'azote total (en fait organique) sur le mélange entrant, et d'azote ammoniacal (minéral) sur le digestat. L'azote ammoniacal étant soluble, les concentrations mesurées sont représentatives du volume du réacteur.

On rappelle que les mesures sur l'azote avaient pour but de caractériser la production d'ammoniac, inhibiteur connu de la méthanisation, à partir des déchets alimentaires riches en protéines. La teneur en ammoniac dans le réacteur a augmenté progressivement au fur et à mesure de la concentration en matière sèche dans l'alimentation. Elle est toujours restée au dessous de 3 g/l.

Le rendement de minéralisation de l'azote est considéré à partir de la 20<sup>e</sup> semaine de fonctionnement, pour que le volume du réacteur soit représentatif (on rappelle que le temps de séjour est fixé à 30 jours). A partir de là, le rendement moyen de minéralisation de l'azote organique est de 67%. Ceci permet de calculer, pour un fonctionnement industriel, une concentration maximale en azote organique à l'entrée de 6 g/l, en considérant un seuil d'inhibition de l'azote ammoniacal dans le digesteur de 4 g/l.

#### **4.5.3 Composition du digestat**

La composition du digestat a été analysée durant la période 3. Elle est reportée dans le tableau 7.

Si une valorisation agricole par épandage du digestat est théoriquement possible, elle est pratiquement difficile compte tenu de la concurrence de produits comme les lisiers, voire les boues de station d'épuration; le recyclage de ces dernières dans l'agriculture devant être interdit en Suisse d'ici 2003 à 2005. Au vu de sa composition, le digestat ne peut être rejeté directement en station d'épuration. Il paraît raisonnable d'envisager un traitement du digestat sur site avant rejet.

**Tableau 7 : Composition du digestat**

Matière sèche (MS) moyenne % g/l	2.5 % 25 g/l
Matière volatile (MV) moyenne %/sec g/l	62 % 15 g/l
Carbone total (C tot) g/l	10 g/l
Azote total (N tot) g/l	3.1 g/l
C/N	3.2
Azote ammoniacal g/l	2.5 g/l
Phosphore total (P tot) g/l	0.28 g/l
Potassium (K) g/l	0.86 g/l
Calcium (Ca) g/l	0.84 g/l
Sodium (Na) g/l	1.1 g/l

## 4.6 Composition du biogaz

Durant les 9 mois d'expérimentation, la teneur en  $\text{CH}_4$  du biogaz a varié de 55% à 70% selon les paramètres de fonctionnement.

Afin de minimiser les erreurs dues à la composition du biogaz sur le bilan énergétique, on a toujours considéré comme paramètre significatif, le rendement en méthane exprimé en normolitres de  $\text{CH}_4$  par kg  $\text{DCO}_{\text{in}}$ .

La teneur en hydrogène sulfuré ( $\text{H}_2\text{S}$ ) a été mesurée ponctuellement à l'aide d'un tube Dräger. Elle varie entre 400 et 450 ppm. Une épuration de l' $\text{H}_2\text{S}$  ne serait donc pas nécessaire avant une valorisation par cogénération puisqu'on estime que les moteurs tolèrent jusqu'à 500, voire 1000 ppm.

## 4.7 Conclusions de l'étude expérimentale

L'ensemble des résultats obtenus au cours de ces 9 mois d'expérimentation suggèrent les conclusions suivantes :

- La codigestion du mélange huiles/lavures est réalisable dans un réacteur simple infiniment mélangé à 50°C, à 10% de matière sèche et avec un temps de séjour de 30 jours.
- Le rendement en méthane du mélange lavures/huiles est de 70 à 75% du maximum théorique (soit environ 250 NL/kg  $\text{DCO}_{\text{in}}$ ), pour une proportion d'huiles allant jusqu'à 15% du mélange (sur matière sèche). Cette proportion correspond à la proportion réelle de ces deux déchets en moyenne en Suisse.
- Au delà de 15% d'huiles, le rendement en méthane du mélange diminue. Dans la première partie de l'expérimentation, la baisse de rendement aurait pu être attribuée à une augmentation de la charge organique totale à plus de 6 g  $\text{DCO/l\cdot j}$ , ce qui est assez élevé pour un réacteur infiniment mélangé. Dans la deuxième partie de l'expérimentation, on confirme que même à charge faible de 3 g  $\text{DCO/l\cdot j}$ , l'augmentation de la proportion d'huile au delà de 15% entraîne une baisse de rendement.
- La proportion d'huiles dans le mélange est donc limitée à 15% de la matière sèche, ce qui représente une teneur en graisses totales de 40% de la matière sèche du mélange.

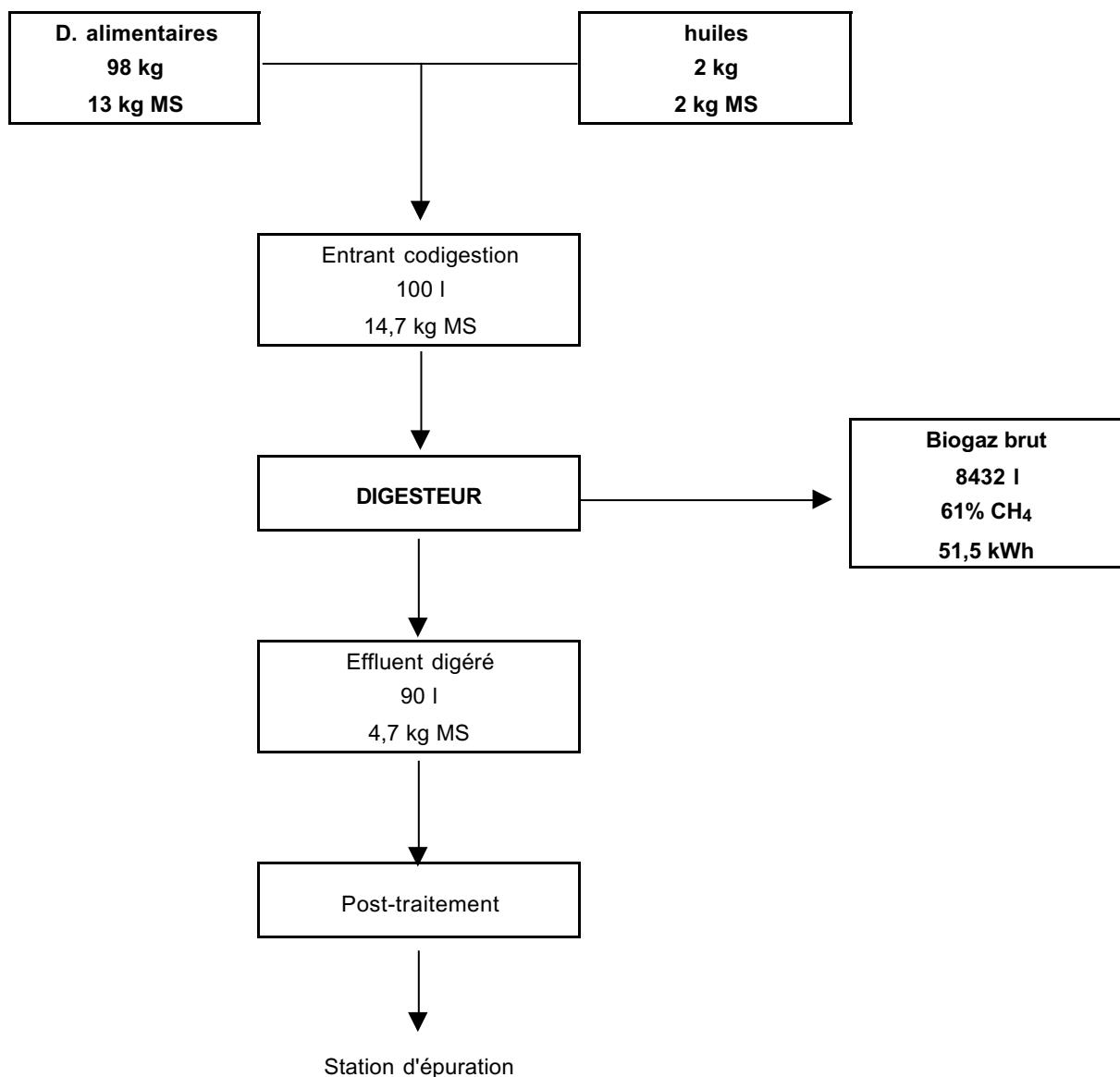
- Une croûte de graisses se forme à la surface des matières dans le bioréacteur pilote, indiquant qu'un système d'homogénéisation plus adapté devra être recherché lors d'une application industrielle.
- L'addition d'un émulsifiant, une fois que les graisses se sont accumulées dans le bioréacteur provoque un déséquilibre du système, par hydrolyse des graisses et inhibition par les acides gras produits.
- Compte tenu de la composition du digestat, on inclura dans l'évaluation un traitement spécifique avant son rejet en station d'épuration.

## 4.8 Bilan matière et énergie

Le bilan est réalisé sur la base des résultats précédents, pour la proportion maximale d'huiles n'entraînant pas de diminution de performances.

Il est représenté sur la figure 3, pour 100 kg de substrat codigéré.

**Figure 3 : Bilan matière et énergie**



## 5. Evaluation de la faisabilité industrielle

## 5.1 Introduction

L'étude expérimentale a montré quelle pourrait être la limite d'incorporation d'huiles comestibles usagées dans de la soupe fourragère de déchets alimentaires de restauration collective. Celle-ci se situant autour de 2% en poids brut, il est clair que les structures industrielles intéressées par le concept de codigestion évalué dans le cadre de cette étude sont plutôt les collecteurs et préparateurs de soupe de déchets alimentaires que les entreprises produisant des huiles ou traitant les huiles comestibles usagées.

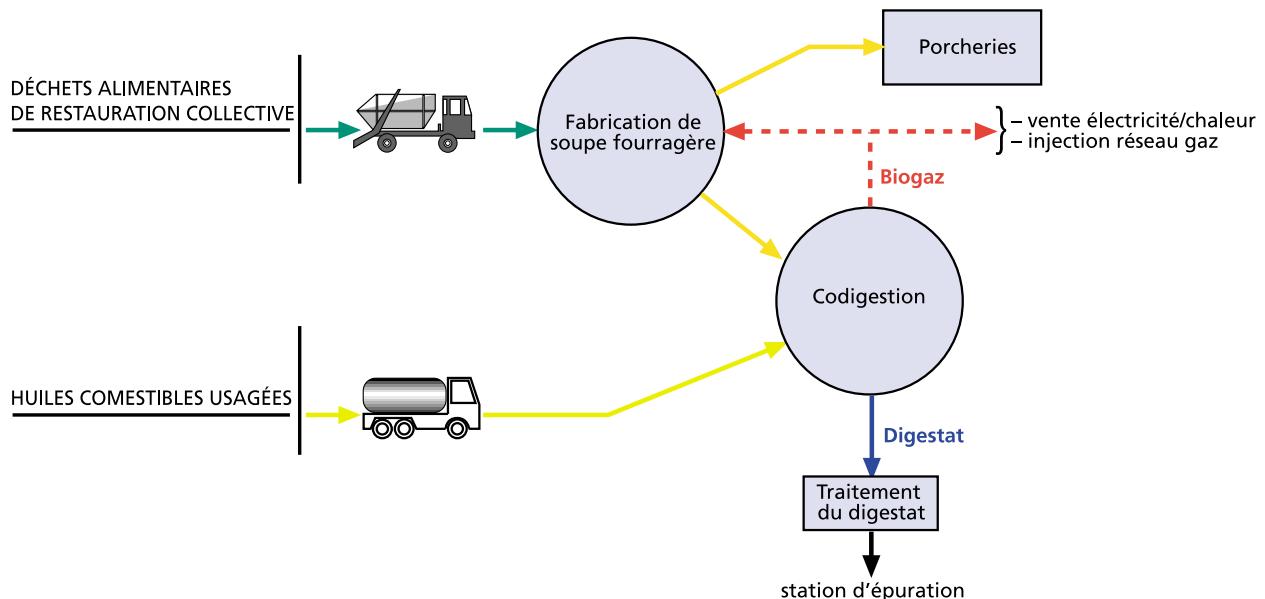
## 5.2 Concept de traitement

Le schéma d'une unité industrielle de codigestion d'huiles comestibles usagées et de soupe de déchets alimentaires est représenté sur la figure 4.

Le concept envisagé s'intègre dans les filières existantes de traitement des substrats considérés, lesquelles disposent déjà :

- d'une logistique éprouvée de ramassage des sous-produits;
  - d'une infrastructure de transformation des déchets alimentaires qui satisfait aux règles d'hygiène vétérinaire (ordonnance sur les épizooties).

**Figure 4 .** Schéma d'une unité de codigestion d'huiles comestibles usagées et déchets alimentaires



Avec la décision prise le 23/10/2001 par le conseil des ministres de l'agriculture de l'Union Européenne concernant l'interdiction d'affourager les déchets alimentaires à compter du 01/10/2002, la question du devenir de la gestion de ces déchets et des entreprises actives dans ce secteur (130'000 t/an sont actuellement valorisées en alimentation porcine) pourrait aussi se poser en Suisse.

Le concept proposé permet d'exploiter l'essentiel de la filière existante (collecte et transformation) et de valoriser sous forme d'énergie le sous-produit résultant.

L'approche retenue prévoit en principe le rejet de l'effluent digéré en station d'épuration, mais d'autres solutions pourraient être de cas en cas envisagées (affouragement de porcs, compostage, etc.).

### 5.3 Contribution à la gestion des huiles comestibles usagées

L'octroi d'autorisations relatives à l'utilisation des déchets pour l'alimentation des porcs relève de la compétence des vétérinaires cantonaux. Selon une estimation de l'Office Vétérinaire Fédéral, trois catégories de déchets sont concernées :

- les déchets alimentaires (restaurants, hôpitaux, etc.) : environ 130'000 t/an;
- les sous-produits de l'industrie agroalimentaire (épluchures de pomme de terre, restes de pain, tourteaux, déchets de meunerie, etc.) : environ 360'000 t/an, hors produits de transformation du lait;
- les déchets d'abattoir : environ 15'000 à 20'000 t/an.

Soit au total près de 500'000 t/an.

Une enquête réalisée en décembre 2001 a permis d'inventorier 381 porcheries au bénéfice d'autorisations d'affourager des déchets et 384 établissements habilités à les ramasser.

Selon l'OVF, la taille moyenne des exploitations précitées se situe entre 1000 et 2000 t/an de capacité de traitement. Pour ce qui concerne les entreprises valorisant des déchets alimentaires de restauration collective, le nombre d'entreprises traitant **5000 t/an et plus** est probablement inférieur à **une dizaine**.

Afin d'assurer la sécurité de la filière, il apparaît assez clairement que seule une concentration sur les plus importantes entreprises serait de nature à respecter les exigences vétérinaires et de qualité des produits.

On peut ainsi estimer que la contribution du concept proposé à la gestion des huiles comestibles usagées serait de l'ordre de **2000 t/an** (10 établissements codigérant chacun 9000 tonnes de déchets et 200 tonnes d'huiles), soit 25% de la quantité estimée par la statistique ODS de l'OFEFP.

Sachant que les autres filières (incinération en cimenteries, codigestion dans les stations d'épuration, exportation) assurent une certaine garantie de pérennité pour 50 à 60% du tonnage collecté annuellement, on peut estimer que le concept proposé apporterait une solution pour les quantités traitées par les filières dont l'avenir est incertain.

### 5.4 Consultation des constructeurs

Afin d'évaluer la faisabilité technico-économique du concept proposé, un cahier des charges a été élaboré et soumis à 10 constructeurs d'installations de digestion en Suisse, en Allemagne, en Autriche et en France.

Les principaux éléments de cette consultation (voir cahier des charges en annexe 6) consistent en une unité co-digérant **9000 t/an de déchets alimentaires** broyés, cuits à 70°C et homogénéisés, et **200 t/an d'huiles comestibles usagées**. Les caractéristiques de ces substrats et les résultats du fonctionnement du réacteur pilote, issus de l'étude expérimentale, faisaient partie des éléments soumis aux industriels consultés. L'installation comprend les parties suivantes :

- stockage des substrats pour des livraisons de 35 tonnes/semaine de soupe de déchets alimentaires et 4 m<sup>3</sup>/semaine d'huiles;
- préparation du mélange entrant en digestion;

- codigestion;
- traitement du digestat pour obtenir une teneur en MES inférieure à 5 g/l;
- en option : traitement complémentaire destiné à obtenir un effluent pouvant être rejeté en station d'épuration.

Quatre constructeurs ont donné suite à notre demande. Il s'agit de :

- Vatech-Wabag SA, Winterthur (CH), voir schémas en annexe 8;
- Schwarting Umwelt GmbH, Dortmund (DE);
- Farmatic Biotech Energy AG, Nortorf (DE);
- Proserpol, St Quentin en Yvelines (FR).

Un cinquième constructeur (Alpha Umwelttechnik AG, Nidau (CH)), a estimé que les données du cahier des charges étaient insuffisantes, et proposé de réaliser lui-même des tests en batches pour pouvoir donner une réponse.

#### 5.4.1 Description de la digestion

Vatech-Wabag	Schwarting Umwelt	Farmatic	Proserpol
Procédé Rom Opur : multi-étapes	Réacteur infiniment mélangé	Réacteur infiniment mélangé	Réacteur infiniment mélangé
Agitateurs mécaniques	Agitateur mécanique		Agitateur mécanique + pompe recirculation
Réchauffage : 10 m <sup>3</sup> Réacteur 1 : 250 m <sup>3</sup> Réacteur 2 : 250 m <sup>3</sup> Réacteur 3 : 750 m <sup>3</sup> Total : 1250 m <sup>3</sup>	Volume : 1200 m <sup>3</sup>	Volume : 990 m <sup>3</sup>	Volume : 1685 m <sup>3</sup> utiles
Température : 55°C		Température : 38°C	Température : 50°C
Matière sèche in : 10%	Matière sèche in : 11%		Matière sèche in : 10%
Charge : 5 kg DCO/m <sup>3</sup> .j			Charge : 4 kg DCO/m <sup>3</sup> .j

#### 5.4.2 Spécification des fournitures

Vatech-Wabag	Schwarting Umwelt	Farmatic	Proserpol
Stockage D. alim : 50 m <sup>3</sup>	Stockage D. alim : 100 m <sup>3</sup>	Réservoir mélange couvert textile : 126 m <sup>3</sup>	Réservoir mélange : 80 m <sup>3</sup>
Stockage huile : 5 m <sup>3</sup>	Stockage huile : 4 m <sup>3</sup>	Digesteur acier émaillé	Digesteur avec pompe de recirculation 100 m <sup>3</sup> /h
Réservoir réchauffage	Echangeur : 100 kW	Stockage digestat+biogaz: 261 m <sup>3</sup> + 163 m <sup>3</sup>	Contrôle de pH
Echangeur : 37 kW	Digesteur	Echangeur de chaleur tubulaire	Stockage digestat : 80 m <sup>3</sup>
Réacteurs 1 et 2	Stockage digestat : 100 m <sup>3</sup>	Ligne biogaz : désulfuration biologique 150 m <sup>3</sup> /h, séchage, surpresseur, compteur, torchère 150 m <sup>3</sup> /h	Centrifugeuse et flocculation : 4m <sup>3</sup> /h
Post-stockage digestat	Pompes et agitation		Torchère : 180 m <sup>3</sup> /h
Pompes et mélangeur	Centrifugeuse et flocculation : 5 m <sup>3</sup> /h		Unité traitement eau : bassin aération 30 m <sup>3</sup> , soufflante 50 m <sup>3</sup> /h, décanteur Ø 3m
Centrifugeuse et flocculation : 5 m <sup>3</sup> /h	Bande transporteuse pour pressat		Pompes et agitateurs
Ligne biogaz : stockage 150 m <sup>3</sup> surpresseur 50 mbar, torchère 80 m <sup>3</sup> /h, compteur	Stock filtrat : 1 m <sup>3</sup>		Tableaux électriques
Tuyauterie, armature, isolation	Unité traitement eau : nitrification/dénitrification/microfiltration, capacité : 35 m <sup>3</sup> /j		
Tableaux électriques	Tuyauterie, armature, isolation		
Unité de dénitrification et membranes immergées pour traitement eau	Tableaux électriques		

### 5.4.3 Performances annoncées

Vatech-Wabag	Schwarting Umwelt	Farmatic	Proserpol
Production de biogaz 654 Nm <sup>3</sup> /t MSV dégradée 671'900 Nm <sup>3</sup> /an	Production de biogaz 810 Nm <sup>3</sup> /t MSV dégradée 862'607 Nm <sup>3</sup> /an	Production de biogaz n.c.	Production de biogaz n.c.
Cogénération 1'528'521 kWh <sub>el</sub> /an 2 402 041 kWh <sub>th</sub> /an	Cogénération 1'902'040 kWh <sub>el</sub> /an 2'988'920 kWh <sub>th</sub> /an	Cogénération n.c.	Cogénération n.c.
Auto-consommation 193'268 kWh <sub>el</sub> Trait eau : n.c.,	Auto-consommation Digestion : 160'000 kWh <sub>el</sub> 430'000 kWh <sub>th</sub> Trait eau : 245'000 kWh <sub>el</sub>	Auto-consommation n.c.	Auto-consommation n.c.
P installée : 56 kW	P installée : 46 kW	P installée : nc	P installée : 58 kW (hors aération)
Sous-produits Eau usée : 9457 m <sup>3</sup> /an Solide : 2684 t/an	Sous-produits Eau usée : 6600 m <sup>3</sup> /an Solide : 1528 t/an		

### 5.4.4 Emprise de terrain

Vatech-Wabag	Schwarting Umwelt	Farmatic	Proserpol
750 m <sup>2</sup> 25m x 30m	783 m <sup>2</sup> 29m x 27m	n.c.	n.c.

### 5.4.5 Investissement budgétaire

Vatech-Wabag	Schwarting Umwelt	Farmatic	Proserpol
2'822'280 CHF TTC	2'566'260 CHF TTC	1'215'342 CHF TTC	1'998'132 CHF TTC
Non compris : Circuit gaz	Non compris : Circuit gaz	Non compris : Conduites et pompes Génie civil et bâtiments Électricité, mesures, régulation, contrôle Ingénierie de base et de détail	Non compris : Réception substrats Circuit gaz Génie civil, bâtiments

## 5.5 Aspects économiques

Pour l'évaluation du coût de traitement par codigestion des huiles comestibles usagées, on a considéré les propositions de Schwarting Umwelt GmbH et de VA TECH WABAG, qui offrent des solutions complètes puisqu'elles incluent le coût de génie civil et bâtiments, ainsi que l'unité de traitement d'eau complète demandée en option.

### 5.5.1 Investissement

L'offre économiquement la plus favorable s'élève à **2'566'260 CHF**.

Pour la valorisation du biogaz, on y rajoutera :

- un stockage tampon de 100 m<sup>3</sup>
- un cogénérateur de 160 kW<sub>el</sub> et 200 kW<sub>th</sub>
- un local technique gaz
- les raccordements aérauliques, hydrauliques, gaz et échappement.

Le coût de cette partie est évalué à 406'730'CHF TTC.

Au total, l'investissement est donc de **2'927'990 CHF TTC**

Les frais financiers sont calculés comme suit :

– Equipements : 6% sur 10 ans	CHF	345'728.- /an
– Génie civil et bâtiments : 6% sur 25 ans	CHF	33'498.- /an
<b>– Total</b>	<b>CHF</b>	<b>379'226.- /an</b>

### 5.5.2 Coûts d'exploitation

On considère les hypothèses suivantes :

– Personnel : 1 technicien à 100%	CHF	100'000.- /an
– Entretien maintenance : 3% sur investissement	CHF	82'860.- /an
– Entretien co-générateur : 0.03 CHF/kWh <sub>el</sub>	CHF	57'061.- /an
– Assurances : 1% sur investissement	CHF	29'730.- /an
– Consommables (floculant, méthanol)	CHF	59'000.-/an
– Rejet eau usée en station d'épuration : 1.5 CHF/ m <sup>3</sup>	CHF	9'900.- /an
– Compostage du solide : 80 CHF/ t	CHF	122'240.-/an
<b>– Total</b>	<b>CHF</b>	<b>460'191.- /an</b>

### 5.5.3 Recettes

– Substitution/vente électricité : 0.15 CHF/kWh <sub>el</sub>	CHF	224'556.- /an
– Substitution/vente chaleur (*) : 0.05 CHF/kWh <sub>th</sub>	CHF	127'946.- /an
<b>– Total recettes énergie</b>	<b>CHF</b>	<b>335'502.- /an</b>

(\*) Compte tenu du fait que l'unité de codigestion serait implantée dans le cadre d'une installation de traitement de déchets alimentaires, on peut admettre que la totalité de l'énergie thermique serait valorisée tout au long de l'année.

– Traitement des déchets alimentaires : 50 CHF/t	CHF	450'000.- /an
– Traitement des huiles : 200 CHF/t	CHF	40'000.- /an
<b>– Total recettes déchets</b>	<b>CHF</b>	<b>490'000.- /an</b>

Pour les déchets alimentaires, le coût de la codigestion s'ajoutera à celui de la collecte et de la préparation de soupe fourragère, prestations facturées entre 60 CHF et 150 CHF par tonne selon les régions de Suisse. Quant au tarif envisagé pour le traitement anaérobiose des huiles comestibles usagées, il se situe en retrait des montants annoncés pour les autres filières.

#### 5.5.4 Coût résultant

Le résultat économique de la codigestion est présenté ci-après, par année, en CHF TTC :

A) Charges	
– Frais financiers	- 379'226
– Frais d'exploitation	- 460'191
Total charges	- 839'417
A) Recettes	
– Energie	+ 352'502
– Déchets	+ 490'000
Total recettes	+ 842'502
<b>Résultat annuel</b>	<b>+ 3'085</b>

#### 5.6 Conclusion de l'évaluation industrielle

Sur la base des hypothèses économiques détaillées précédemment, on constate que la filière de codigestion envisagée présente un résultat économique favorable, bien que les frais d'exploitation soient lourdement grevés par les coûts de traitement de la partie solide du digestat, sous-produit qui pourrait aussi bien générer une recette du fait de sa valeur fourragère.

Parallèlement, les recettes bénéficient des rentrées provenant des déchets alimentaires, à un prix réaliste dans l'hypothèse d'une éventuelle interdiction de l'utilisation de ces déchets pour l'affouragement, comme cela est prévu par l'Union Européenne.

## 6. Conclusions et perspectives

---

Cette étude a permis de mettre en évidence les substrats pouvant être considérés pour la codigestion d'huiles comestibles usagées : purins et lisiers, contenus de panse et sang de bovins et déchets alimentaires de restauration collective.

L'infrastructure et la logistique offertes par la dizaine d'entreprises suisses collectant les déchets alimentaires pour les transformer en soupe fourragère, d'une capacité de plus de 5000 tonnes par an, a été mise à profit pour concevoir un système de traitement ne nécessitant pas de créer et de mettre en place des réseaux de collecte qui n'existent pas pour les purins et lisiers ou qui sont déjà liés à des filières de traitement constituées, comme c'est le cas pour les déchets d'abattoirs. C'est ainsi que la codigestion d'huiles comestibles usagées et de déchets alimentaires a été retenue pour la phase d'expérimentation sur pilote et pour l'évaluation de la faisabilité technico-économique du projet.

L'expérimentation réalisée sur une période de 9 mois a montré que la codigestion des substrats précités est faisable dans un digesteur infiniment mélangé, doté d'un système d'homogénéisation efficace de façon à éviter la formation d'une croûte graisseuse, à une température de 50°C, avec un mélange présentant une teneur en matière sèche de 10% et un temps de séjour de 30 jours. Avec une proportion d'huiles n'excédant pas 15% sur la matière sèche, on a obtenu un rendement en méthane de 250 Nm<sup>3</sup>/t DCO introduite, correspondant à 70-75% du maximum théorique.

L'évaluation de la faisabilité industrielle a considéré une unité pouvant codigérer 9000 tonnes de déchets alimentaires et 200 tonnes d'huiles comestibles usagées. Sous certaines conditions concernant les modalités tarifaires applicables pour le traitement des cosubstrats et l'élimination des sous-produits de la digestion, une telle installation pourrait s'avérer rentable.

Dans la perspective d'une éventuelle interdiction de l'utilisation de déchets alimentaires pour l'affouragement du bétail, il pourrait être intéressant de profiter des infrastructures disponibles chez les plus grands producteurs de soupe fourragère du pays, lesquels pourraient s'équiper d'unités de codigestion intégrées à leur métier de base. La contribution de la filière anaérobiose au traitement des huiles comestibles usagées pourrait ainsi représenter une part d'environ 2000 tonnes par an, soit 25% de la production annuelle estimée, avec une production nette de l'ordre de 15'000 MWh d'électricité et de 26'000 MWh de chaleur.

## 7. Références bibliographiques

---

1. AHRING B. K., ANGELIDAKI I. & K. JOHANSEN. 1992. Anaerobic treatment of manure together with industrial waste. *Wat. Sci. Tech.* 25(7) : 311-318.
2. AHRING B. K., SANDBERG M. & I. ANGELIDAKI. 1995. Volatile fatty acids as indicators of process imbalance in anaerobic digestors. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* 43 : 559-565.
3. AMON TH., BOXBERGER J., LINDWORSKY J. & SCHEIBLER M. 1998. Cofermentation of organic wastes and agricultural manures. C.A.R.M.E.N.
4. ANGELIDAKI I., PERTERSEN S. P. & B. K. AHRING. 1990. Effects of lipids on thermophilic anaerobic digestion and reduction of lipid inhibition upon addition of bentonite. *Appl. Microbiol Biotechnol.* 3 : 469-472.
5. ANGELIDAKI I., ELLEGAARD L. & B. K. AHRING. A mathematical model for dynamic simulation of anaerobic digestion of complex substrates: focusing on codigestion of manure with lipid containing substrates. *in: Management of Urban Biodegradable Wastes*, pp. 142-152.
6. APHA. 1992. Standard methods for the examination of water and wastewater. 18<sup>th</sup> edition, American Public Health Association, Washington D.C.
7. ARAGNO M. 1990. Etude sur les procédés biologiques de traitement des déchets organiques. Deuxième partie: Evaluation de trois systèmes de digestion anaérobiose des déchets et des perspectives d'application de ces systèmes aux "déchets verts" obtenus par tri à la source. Non publié.
8. BANKS C. J. 1994. Anaerobic digestion of solid and high nitrogen content fractions of slaughterhouse wastes. AICHE Symposium Series 300.
9. BANKS C. & P. HUMPHREYS. 1998. The anaerobic treatment of a ligno-cellulosic substrate offering little natural pH buffering capacity. *Water Sci Technol.* 38(4-5) : 29-35.
10. BECCARI M., MAJONE M., RICCARDI C., SAVARESE F. & L. TORRISI. 1999. Integrated treatment of olive oil mill effluents: effect of chemical and physical pretreatment on anaerobic treatability. *Wat. Sci. Tech.* 40 : 347-355.
11. BENNER R., MACCUBBIN A. E. & R. E. HODSON. 1984. Anaerobic biodegradation of the lignin and polysaccharide components of lignocellulose + synthetic L. by sediment microflora. *Appl. Environ. Microbiol.* 47(5) : 998-1004.
12. BOHM J.-L. 1986. Digestion anaérobiose des effluents d'abattoirs dans une unité pilote de 3000 litres. Epuration et production d'énergie. *Entropie* 130/131 : 83-87.
13. BOONE D. R. & M. P. BRYANT. 1980. Propionate degrading bacterium, *Syntrophobacter wolini* sp. nov. gen. nov., from methanogenic ecosystems. *Appl. Environ. Microbiol.* 40 : 626-632.
14. BORJA R., ALBA J. & C. J. BANKS. 1996. Anaerobic digestion of wash waters derived from the purification of virgin olive oil using a hybrid reactor combining a filter and a sludge blanket. *Process Biochem.* 31 : 219-224.
15. BRINKMAN J. 1999. Anaerobic digestion of mixed waste slurries from kitchens, slaughterhouses and meat processing industries. *In: Proceedings of the II International Symposium on anaerobic digestion of solid waste*, Barcelona, 15-17.06.1999.
16. CHUA H. & C.C.N. CHENG. 1996. Operation of a novel anaerobic biofilter for treating food-processing wastewater. *Appl. Biochem. Biotechnol.* 57/58 : 837-843.
17. CHYNOWETH D. P. & R. A. MAH. 1971. Volatile acid formation in sludge digestion. *in : R. F. Gould (ed.). Anaerobic Biological Treatment Processes. Advances in Chemistry Series*, Washington, D.C.
18. CHYNOWETH D. P., TURICK C. E., OWENS J. M., JERGER D. E. & M. W. PECK. 1993. Biochemical methane potential of biomass and waste feedstocks. *Biomass Bioenergy* 5(1) : 95-111.
19. Danish Institute of Agriculture and Fisheries Economics. 1999. Centralised Biogas Plants - Integrated Energy Production, Waste Treatment and Nutrients Redistribution Facilities.

20. **DAVIS M. M. & M. PAABO.** 1966. Comparative strengths of aliphatic acids and some other carboxylic acids in benzene at 25°C. *J. Organ. Chem.* 31 : 1804-1810.
21. **DVG.** 1999. Hygienic and environmental aspects of anaerobic digestion: legislation and experiences in Europe. IEA Bioenergy Workshop, Stuttgart-Hohenheim, 29-31.03.1999.
22. **FUKUZAKI S., NISHIO N., SHOBAYASHI B. & S. NAGAI.** 1990. Inhibition of the fermentation of propionate to methane by hydrogen, acetate and propionate. *Appl. Environ. Microbiol.* 56 : 719-723.
23. **GALBRAITH H., MILLER T. B., PATON A. M. & J. K. THOMPSON.** 1971. Antibacterial activity of long chain fatty acids and the reversal with calcium, magnesium, ergocalciferol and cholesterol. *J. Appl. Bacteriol.* 34 : 803-813.
24. **GOSCH A.** Labor für Anaerobe Verfahrenstechnik. Fachhochschule Giessen-Friedberg.
25. **GUJER W. & A. J. B. ZEHNDER.** 1983. Conversion processes in anaerobic digestion. *Wat. Sci. Technol.* 15 : 127-167.
26. **HAMDI M.** 1996. Anaerobic digestion of olive mill wastewaters. *Process Biochem.* 31(2): 105-110.
27. **HANSSON G.** 1982. Methane production from glucose and fatty acids at 55-85°C . Adaptation of cultures and effects of pCO<sub>2</sub>. *Biotechnol. Lett.* 12(4) : 789-794.
28. **HEUKELEKIAN H. & P. MUELLER.** 1958. Transformation of some lipids in anaerobic sludge digestion. *Sewage Ind. Wastes* 30 : 1108-1120.
29. **HOEKS J. & R. J. BORST.** 1982. Anaerobic digestion of free volatile fatty acids in soils below waste tips. *Water, Air, and Soil Pollution* 17: 165-173.
30. **HWU C.-S., MOLENAAR G., GARTHOFF J., VAN LIER J.B. & G. LETTINGA.** 1997. Thermophilic high-rate anaerobic treatment of wastewater containing long-chain fatty acids: impact of reactor hydrodynamics. *Biotechnol. Letters* 19(5) : 447-451.
31. **HWU C.-S. & G. LETTINGA.** 1997. Acute toxicity of oleate to acetate-utilizing methanogens in mesophilic and thermophilic anaerobic sludges. *Enzyme and Microbial Technol.* 21 : 297-301.
32. **INNOCENTI A., ZOPPI N., ROSSIER C., MAHRER F.-R. & M. ARAGNO.** 1997. Anaerobic digestion of organic wastes from restaurants. Communication SPHN.
33. **INNOCENTI A., ZOPPI N., ROSSIER C., MAHRER F.-R. & M. ARAGNO.** 1997. Biodegradation of edible oil by biomethanisation. Poster présenté à la SSM, St-Gall, Suisse.
34. **KAYHANIAN M.** 1993. Performance of a high-solids anaerobic digestion process under various ammonia concentrations. *J. Chem. Tech. Biotechnol.* 59 : 349-352.
35. **KAYHANIAN M.** 1995. Biodegradability of the organic fraction of municipal solid waste in a high-solids anaerobic digester. *Waste Management & Research* 13 : 123-136.
36. **KOSTER I. W..** 1987. Abatement of long-chain fatty acid inhibition of methanogenesis by calcium addition. *Biol. Wastes* 22 : 295-301.
37. **KRIEG A.** Verwertung organischer Reststoffe in landwirtschaftlichen Biogasanlagen - Rahmenbedingungen und Potentiale. In: Fachverband Biogas e.V., Kirchberg, Deutschland.
38. **KRIEG A.** 1992. Verfahrenstechnik und Ökonomie bei der Cofermentation von Gülle und Altfett. In: Kosten landwirtschaftlicher Biogaserzeugung. KTBL, Arbeitspapier 185.
39. **KUHN E.** 1995. Kofermentation. Arbeitspapier 219, KTBL, Darmstadt.
40. **KUMARA SWAMY N. & B. KOTAIAH.** 1996. Digestibility of different organic industrial wastewaters by anaerobic upflow contact filter. *Fresenius Environ. Bull.* 5 : 406-411.
41. **LUND B., JENSEN V. F., HAVE P. & B. AHRING.** 1996. Inactivation of virus during anaerobic digestion of manure in laboratory scale biogas reactors. *Antonie van Leeuwenhoek* 69 : 25-31.
42. **MACAULAY M. N., STEBOR T. W. & BERNDT C. L.** Anaerobic contact pretreatment of slaughterhouse wastewater. 42<sup>nd</sup> Purdue University Industrial Waste Conference Proceedings, pp. 647-655.

43. **MACKIE R. I. & M. P. BRYANT.** 1981. Metabolic activity of fatty acid-oxidizing bacteria and the contribution of acetate, propionate, butyrate, and CO<sub>2</sub> to methanogenesis in cattle waste at 40 and 60°C. *Appl. Environ. Microbiol.* 41 (6) : 1363-1373.
44. **McINERNEY M. J., BRYANT M. P. & N. PFENNIG.** 1979. Anaerobic bacterium that degrades fatty acids in syntrophic association with methanogens. *Arch. Microbiol.* 122 : 129-135.
45. **MITTERLEITNER H.** Verwertung von Fetten aus Fettabscheidern mit Gülle in landwirtschaftlichen Biogasanlagen. Technische Universität München, D-Freising.
46. **PELMONT J..** Acétogènes. *in:* PUG (eds). 1993. Bactéries et Environnement, Adaptations physiologiques, ch. 15. Presses Universitaire de Grenoble, France.
47. **PERES C.S., SANCHEZ C.R., MATUMOTO C. & W. SCHMIDELL.** 1992. Anaerobic biodegradability of the organic components of municipal solid wastes (OFMSW). *Wat. Sci. Tech.* 25(7) : 285-293.
48. **PERRIN J. L.** 1992. Détermination de l'altération. *in :* Technique & Documentation (eds). Manuel des Corps Gras. Lavoisier, Paris.
49. **PFEFFER J.T.** 1974. Temperature effects on anaerobic fermentation of domestic refuse. *Biotechnol. Bioeng.* 16 : 771-787.
50. **PUJOL J. & CLAVIER E.** 1996-1997. L'énergie, l'eau et les déchets dans le secteur des abattoirs d'animaux de boucherie. F.N.E.A.P. Paris, France.
51. **ROY F., ALBAGNAC G. & E. SAMAIN.** 1985. Influence of calcium addition on growth of highly purified syntrophic cultures degrading long-chain fatty acids. *Appl. Environ. Microbiol.* 49 (3) : 702-705.
52. **ROY F., SAMAIN E., DUBOURGIER H. C. & G. ALBAGNAC.** 1986. *Syntrophomonas sapvorans*, sp. nov., a new obligately proton reducing anaerobe oxidizing saturated and unsaturated long chain fatty acid. *Arch. Microbiol.* 145 : 142-147.
53. **RUDOLFS W..** 1944. Decomposition of grease during digestion, its effects on gas production and fuel value of sludges. *Sewage Works J.* 16 : 1125-1155.
54. **SAWYER C. N. & H. K. ROY.** 1955. A laboratory evaluation of high-rate digestion. *Sewage Ind. Wastes* 27 : 1356-1363.
55. **SCHINK B.** 1992. Syntrophism among Prokaryotes. *in :* A. Balows, H. G. Trüper, M. Dworkin, W. Harder & K.-H. Schleifer (eds). The Prokaryotes, vol. 1, Springer-Verlag.
56. **SCHOBER G., SCHAFER J., SCHMID-STAIGER U. & W. TROSCH.** 1999. One and two-stage digestion of solid organic waste. *Wat. Res.* 33(3) : 854-860.
57. **STEFFEN R., KIRCHMAYR R., BRACHTL E., STEYSKAL F. & R. BRAUN.** 1997. Cofermentation of agroindustrial and pharmaceutical wastes. *Proc. 8<sup>th</sup> International Conf. on Anaerobic Digestion*, vol. 3.
58. **SUHRKAMP I. & S. JANNSEN.** 1989. Degradation of high fat concentrations in a mixture of cattle manure and slaughterhouse waste by means of a methanogenic mixed culture. *Dechema Biotechnology Conference 3*, VCH Verlagsgesellschaft.
59. **TRITT W. P., SCHUCHARDT F. & D. HUGIN.** 1991. Stoffströme und Entsorgungsmöglichkeiten der flüssigen und festen Abfallstoffe von Schlachtbetrieben. *Korrespondenz Abwasser* 38 (9) : 1199-1212.
60. **TRITT W. P. & F. SCHUCHARDT.** 1992. Materials flow and possibilities of treating liquid and solid wastes from slaughterhouses in Germany: a review. *Bioresource Technol.* 41 : 235-245.
61. **TRITT W. P.** 1992. Substratspezifische Kenngrößen von Abfällen aus Schlacht- und Fleischverarbeitungsbetrieben. *Müll und Abfall* 24(4) : 246-257.
62. **TRITT W. P., WULFERT-PRAHL K. & C. ZIMMERMANN.** 1992. *In :* Kosten landwirtschaftlicher Biogaserzeugung. KTBL, Arbeitspapier 185.
63. **TRITT W. P., WULFERT-PRAHL K. & C. ZIMMERMANN.** 1993. Schlacht- und Fleischverarbeitungsbetriebe. Die Wirtschaftlichkeit von Abfallkonzepten. *Fleischwirtsch.* 73(2) : 145-148.
64. **VAN LIER J. B.** 1996. Limitations of thermophilic anaerobic wastewater treatment and the consequences for process design. *Antonie van Leeuwenhoek* 69 : 1-14.

- 6 5.** **VAREL V. H., ISAACSON H. R. & M. P. BRYANT.** 1977. Thermophilic methane production from cattle waste. *Appl. Env. Microbiol.* 33(2) : 298-307.
- 6 6.** **WEILAND P.** 1997. Potentiale und Vorschriften bei des Kofermentation. In: Biogas in der Landwirtschaft. Planung, Bau und Betrieb. 7-10.01.97. Kirchberg.
- 6 7.** **WEILAND P.** 1999. Codigestion – Processes, potentials and organization forms. Proceedings ORBIT 1999.
- 6 8.** **WU W.M., JAIN M. K. & G. ZEIKUS.** 1994. Anaerobic degradation of normal- and branched-chain fatty acids with four or more carbons to methane by a syntrophic methanogenic triculture. *Appl. Envir. Microbiol.* 60(7) : 2220-2226
- 6 9.** **ZEEMAN G., ROLLON-PALENZUELA A., SANDERS W., MIRON Y. & G. LETTINGA.** 1999. Anaerobic hydrolysis and acidification of lipids, proteins and carbohydrates under methanogenic and acidogenic conditions. In: Proceedings of the II International symposium on anaerobic digestion of solid waste, Barcelona, 15-17.06.1999.
- 7 0.** **ZOPPI N.** 1998. La biométhanisation mésophile et thermophile des huiles organiques comestibles et usagées. Diplôme d'Etudes Supérieures en Sciences Naturelles de l'Environnement, Universités de Genève et Lausanne, Suisse.

## 8. Annexes

### 8.1 Annexe 1 : Installations de codigestion au Danemark

(Source : "Centralised Biogas Plants". October 1999. Danish Institute of Agricultural and Fisheries Economics)

Site	RENNINGE	RIBE	DAVINDB	FANGEL	LEMVIG	THORSØ	ARHUS	FILSKOV	BLÅBJERG	SNERTINGE	BLÅHØJ	VÅRST	NYSTED	
Année de construction	1985	1988	1989	1989	1990	1990	1992	1994	1994	1995	1996	1996	1997	1998
Constructeur	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER	KRUGER
Capacité digest. [m <sup>3</sup> ]	800	750	3200	540	4650	6900	7000	2900	4600	7500	880	6000	5000	5000
Température	t	m	m	m	t	m	t	m	t	m	t	t	t	m
Biomasse agricole [m <sup>3</sup> ]	13656	11435	48504	7517	118920	91295	119478	27497	91741	121902	18514	87235	89560	29004
Costratifs [m <sup>3</sup> ]	6898	755	9143	2272	43058	37870	36909	46154	23272	17443	11506	24235	25373	14805
• contenus intestinaux	1150	—	2276	—	19695	5567	11673	7639	10026	3045	5454	4880	—	116
• graisses	2613	254	3855	807	11887	591	6441	8213	4200	1030	6052	563	5689	6210
• déchets poissos	1288	501	—	—	2515	1705	—	576	1561	—	—	—	7285	25
• fruits/ légumes	—	—	529	837	—	49	—	—	—	49	—	—	26	1586
• déchets laiteries	—	—	—	—	—	5851	—	7917	—	—	5460	—	10515	2507
• boues STEP	205	—	—	—	—	6118	5046	—	—	—	5052	—	—	4306
• FFO	—	—	—	—	—	—	—	—	—	54	—	864	—	—
Production biogaz [m <sup>3</sup> /j]	5515	773	6233	973	13047	10186	14526	6860	8989	10575	3353	16003	9041	4641
Rendement biogaz [m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> ]	98	23	39	36	29	29	34	54	29	28	41	52	29	39
Part graisses [% vol] traitée	12,7	2,0	6,7	8,2	11,6	0,1	4,1	17,8	3,7	0,7	20,2	0,5	0,5	14,2

## 8.2 Annexe 2 : Installations de codigestion en Allemagne

(Source : [www.biogas.de/anlagen/baw.htm](http://www.biogas.de/anlagen/baw.htm) ; [/by.htm](http://www.biogas.de/anlagen/by.htm))

**Tableau 1 : Exemples d'installations de codigestion agricoles en Allemagne**

Exploitant Lieu	Déjections animales	Cosubstrats	Digesteur	Valorisation biogaz	Production biogaz
HAAG Hergensweiler	50 UGB	graisses, vinasses	horizontal 120 m <sup>3</sup>	CCF	80 m <sup>3</sup> /j
LINZ Memmingen	100 UGB; 5 m <sup>3</sup> /j	graisses, 3 m <sup>3</sup> /j	450 m <sup>3</sup>	CCF, 70 kWe	- n.c. -
FRITSCH Bodenwehr	120 UGB porcs	vinasses, graisses	1000 m <sup>3</sup> , à accumulation	CCF; 75 + 37 kWe	- n.c. -
SPILLER Himmelkron	120 UGB bovins	graisses	- n.c. -	CCF	- n.c. -
GERSTACKER Mistelgau	90 UGB; porcs et bovins	contenus de séparateurs	- n.c. -	- n.c. -	- n.c. -
HOLZ Aspach	50 UGB vaches laitières	graisses d'abattoirs	50 m <sup>3</sup>	CCF	- n.c. -
RÜCK Merkendorf	purin de porcs	déchets bio : 500 t/a; graisses et restes de repas	- n.c. -	CCF	- n.c. -
PREUSSNER Friedberg	100 UGB porcs	restes de repas et graisses	- n.c. -	CCF; 3 x 50 kWe/95 kWth	1000 m <sup>3</sup> /j

**Tableau 2 : Exemples d'installations de codigestion centralisées en Allemagne**

Site / Année de construction	Substrats digérés	Digesteur/ constructeur	Production biogaz	Remarques
GEDEA Wolpertshausen	purin de trois exploitations; restes de repas; déchets de séparateurs de graisses : 5000 t/a	- n.c. - NOVATECH	- n.c. -	
AGRARGENOSSEN- SCHAFT LUNGWITZTAL 1995	vaches laitières, 1000 UGB; fumier poulets, 9 t/j; graisses, mélasse	2300 m <sup>3</sup> / BIOGASKONTOR	2500 m <sup>3</sup> /j CCF : 220 kWe/350 kWth	investissement : 3 mio DM
ZOBES Plauen 1991	fumier poulets : 6300 m <sup>3</sup> /a; déchets verts : 10'500 t/a; déchets cuisine: 900 t/a; résidus graisseux : 2000 m <sup>3</sup> /a; divers : 2400 t/a	1500 m <sup>3</sup>	2 mio m <sup>3</sup> /a CCF : 300 kWe/600 kWth	investissement : 15 mio DM; coût de traitement : 108 DM/t digestat : 25'000 t/a

### 8.3 Annexe 3 : Synoptique du suivi du bioréacteur

ANALYSES	lundi	mardi	mercredi	jeudi	vendredi
<b>lavures</b>					
MS	P		R		
MV	P			R	
N Kj	P	R			
<b>huile</b>					
MS	P		R		
MV	P			R	
<b>Digestat</b>					
MS	P		R		
MV	P			R	
AGV	P	R			
alcalinité	P	R			
N ammoniacal	P	R			

Transmission résultats analyse		X	X		
--------------------------------	--	---	---	--	--

Suivi du réacteur	X	X	X	X	X
Transmission feuille suivi	X	X	X	X	X

Etalonnage pHmètre			X		
--------------------	--	--	---	--	--

Réception des substrats	X				
Réception protocole alimentation			X		
Préparation alimentation				X	

P : Prélèvement pour analyse

R : Résultat de l'analyse

X : Jour d'intervention

## 8.4 Annexe 4 : Méthodes d'analyses

### 1. Alcalinité du digestat

Centrifuger à 4000 rpm (2000 g) l'échantillon de digestat pendant 15 minutes. Prélever 10 ml (ml<sub>éch</sub>) de surnageant dans un bécher de 150 ml et ajouter environ 100 ml d'eau. Titrer potentiométriquement avec HCl-0.1 N. La détermination de l'alcalinité se fait à double.

$$\text{Alcalinité} = \frac{E_{\text{CaCO}_3} \cdot ml_{\text{HCl}} \cdot N_{\text{HCl}} \cdot f_{\text{HCl}} \cdot 1000}{1000 \cdot ml_{\text{éch}}}$$

Alcalinité Alcalinité du digestat exprimée en g CaCO<sub>3</sub>/l

E<sub>CaCO<sub>3</sub></sub> Equivalent-gramme CaCO<sub>3</sub> en g par équivalent [50 g/Eq]

ml<sub>HCl</sub> ml HCl utilisé pour titrer le digestat en ml

N<sub>HCl</sub> normalité de la solution titrante HCl en équivalent/l

f<sub>HCl</sub> facteur de la solution titrante HCl

ml<sub>éch</sub> ml de digestat titré en ml

### 2. Dosage de l'azote total dans les lavures selon Kjeldahl

Homogénéiser les lavures en brassant avec une baguette en verre. Dans le matras contenant 2 billes de verre et une capsule de catalyseur (Fluka 60789), peser exactement environ 2 g. de lavure (pesée). Ajouter 20 ml d'acide sulfurique 95-97% et deux gouttes d'antimousse (Silicon-antifoam Fluka 85390). Minéraliser en augmentant progressivement la température. Lorsque la solution est vert clair, la minéralisation est terminée. Laisser refroidir puis ajouter 100 ml d'eau déminéralisée. Mettre le matras dans l'appareil d'entraînement à vapeur (Büchi 315). Neutraliser en excès avec de la soude caustique 32% jusqu'à ce que la solution devienne brune et mettre en service l'entraînement à vapeur. Le distillat est recueilli dans une solution 100 ml d'acide borique 2% et deux gouttes d'indicateur Scher. Après avoir distillé environ 150 ml, titrer la solution avec HCl 0.1 N jusqu'au virage gris brun (ml<sub>HCl</sub>). L'analyse se fait à double. Faire un blanc.

$$N_{\text{tot}} = \frac{E_N \cdot (ml_{\text{HCl}} - ml_{\text{blanc}}) \cdot N_{\text{HCl}} \cdot f_{\text{HCl}} \cdot 1000}{1000 \cdot \text{pesée}}$$

N<sub>total</sub> Azote total contenu dans les lavures [g N/kg]

E<sub>N</sub> Equivalent-gramme d'azote en g N par équivalent [14 g/Eq]

ml<sub>HCl</sub> ml HCl utilisé pour titrer le distillat en ml

N<sub>HCl</sub> normalité de la solution titrante HCl en équivalent-mol/l

f<sub>HCl</sub> facteur de la solution titrante HCl

pesée pesée initiale des lavures en g

### **3. Dosage de l'azote ammoniacal dans le digestat**

#### **3.1 Par colorimétrie "Nanocolor" (0.2-10 mg/l)**

Centrifuger 6 à 7 minutes à 4000 rpm (2000 g). Prélever 1 ml ( $V_p$ ) de surnageant et diluer dans 100 ml ( $V_d$ ) d'eau déminéralisée. Effectuer le test nanocolor avec 0.2 ml d'échantillon dilué par détermination photométrique en tant d'indophénol : l'ammonium réagit à pH d'environ 12.6 avec l'hypochlorite et du salicylate, en présence de nitroprussiate de sodium comme catalyseur, pour former du bleu d'indophénol.

$$N_{NH4} = \frac{L \cdot V_d \cdot 1000}{1000 \cdot V_p}$$

$N_{NH4}$  Azote ammoniacal contenu dans le digestat en mg N/l

$L$  Lecture sur le photomètre Nanocolor en mg N/l

$V_d$  Volume de dilution de l'échantillon en ml

$V_p$  Volume de prélèvement de l'échantillon en ml

#### **3.2 Par entraînement à la vapeur**

Centrifuger à 4000 rpm (2000 g) l'échantillon pendant 15 minutes. Prélever 10 ml (V) du surnageant dans un matras. Ajouter 100 ml d'une solution aqueuse  $Na_2HPO_4$  1-M neutralisée à pH 8.0 avec de l'acide phosphorique et monter rapidement le matras dans l'appareil d'entraînement à vapeur (Buchi 315) et mettre en service l'entraînement à vapeur. Le distillat est recueilli dans une solution 100 ml d'acide borique 2% et deux gouttes d'indicateur Scher. Après avoir distillé environ 150 ml, titrer la solution avec HCl 0.1 N jusqu'au virage gris brun ( $ml_{HCl}$ ). L'analyse se fait à double. Faire un blanc.

$$N_{NH4} = \frac{E_N \cdot (ml_{HCl} - ml_{blanc}) \cdot N_{HCl} \cdot f_{HCl} \cdot 1000}{1000 \cdot V}$$

$N_{NH4}$  Azote ammoniacal contenu dans le digestat [g N/l]

$E_N$  Equivalent-gramme d'azote en g N par équivalent [14 g/Eq]

$ml_{HCl}$  ml HCl utilisé pour titrer le distillat en ml

$ml_{blanc}$  ml HCl utilisé pour titrer le blanc en ml

$N_{HCl}$  normalité de la solution titrante HCl en équivalent/l

$f_{HCl}$  facteur de la solution titrante HCl

$V$  volume initial de digestat prélevé en ml

### **4. Détermination des matières volatiles et matières minérales**

#### **4.1 Détermination des matières sèches**

Dans un cristallisoir de 100 mm de diamètre, peser exactement environ 100 g de produit ( $p_i$ ) et sécher 24 heures à 108°C. Peser après séchage ( $p_{108}$ ).

$$MS = \frac{P_{108} \cdot 100}{P_i}$$

MS            Matières sèches en %

P<sub>108</sub>        pesée après 24 heures de séchage à 108°C en g

P<sub>i</sub>            pesée initiale en g

#### 4.2 Détermination des matières minérales

A la fin de la détermination des matières sèches, calciner encore pendant 2 heures à 540°C. Pesaer à nouveau après calcination (p<sub>540</sub>).

$$MM = \frac{P_{540} \cdot 100}{P_i}$$

MM            Matières minérales en %

P<sub>540</sub>        pesée après 2 heures de calcination à 540°C en g

P<sub>i</sub>            pesée initiale en g

### 5. Détermination de la DCO

#### 5.1 Mesure de la masse volumique de l'huile ou des lavures.

Dans un cylindre gradué taré de 50 ml compléter au trait de jauge avec de l'huile ou des lavures. Pesaer à nouveau le cylindre rempli.

$$\rho = \frac{m}{V}$$

ρ            masse volumique en g/ml

m            pesée en g

V            volume en ml [50 ml]

#### 5.2 DCO dans l'huile par colorimétrie "Nanocolor" (1-15 g/l)

Dans un bêcher de forme haute de 250 ml peser exactement environ 0.2 g d'huile (pesée). Ajouter exactement environ 100 g d'eau déminéralisée (m<sub>eau</sub>). Passer la suspension pendant 5 minutes à l'homogénéisateur "Ultra-Turax". Prélever alors 200 µl de la suspension (contrôle par pesée) pour effectuer le test Nanocolor par détermination photométrique de la concentration en chrome (III) après oxydation de 2 heures du dichromates de potassium, de l'acide sulfurique et du sulfate d'argent à 148°C. Répéter l'analyse avec une pesée d'environ 0.4 g.

$$DCO = \frac{L \cdot V_d \cdot \rho \cdot 1000}{1000 \cdot \text{pesée}}$$

DCO        demande chimique en oxygène en g O<sub>2</sub>/l

L            valeur de lecture sur le photomètre Nanocolor en g O<sub>2</sub>/l

V<sub>d</sub>        approximation du volume de dilution de l'échantillon qui est égale à la somme des masses d'eau (m<sub>eau</sub>) et d'échantillon (pesée) en considérant que la masse volumique de ce mélange est de 1.0 g/ml en ml.

ρ            masse volumique de l'échantillon en g/ml

pesée        pesée initiale de l'échantillon en g

### 5.3 DCO dans les lavures par colorimétrie "Nanocolor" (1-15 g/l)

Dans un bêcher de forme haute de 250 ml peser exactement environ 5 g (pesée) de lavure. Ajouter exactement environ 100 g d'eau déminéralisée ( $m_{\text{eau}}$ ). Passer la suspension pendant 5 minutes à l'homogénéisateur "Ultra-Turax". Prélever alors 200  $\mu\text{l}$  de la suspension (contrôle par pesée) pour effectuer le test Nanocolor par détermination photométrique de la concentration en chrome (III) après oxydation de 2 heures du dichromates de potassium, de l'acide sulfurique et du sulfate d'argent à 148°C.

Répéter l'analyse avec une pesée d'environ 8 g.

$$\text{DCO} = \frac{L \cdot V_d \cdot p \cdot 1000}{1000 \cdot \text{pesée}}$$

DCO demande chimique en oxygène en g  $\text{O}_2/\text{l}$

L valeur de lecture sur le photomètre Nanocolor en g  $\text{O}_2/\text{l}$

Vd approximation du volume de dilution de l'échantillon qui est égale à la somme des masses d'eau ( $m_{\text{eau}}$ ) et d'échantillon (pesée) en considérant que la masse volumique de ce mélange est de 1.0 g/ml en ml.

p masse volumique de l'échantillon en g/ml

pesée pesée initiale de l'échantillon en g

## **6. Détermination des acides gras volatils dans le digestat**

### 6.1 Préparation de l'étalon interne

Dans un ballon de 50 ml rempli aux trois quarts avec du diéthylether peser exactement environ 0.25 g d'acide 2-méthyl hexanoïque. Compléter au trait de jauge avec du diéthyléther.

### 6.2 Solutions standards dans le diéthyléthe

Acide	Solution A [mg/l]	Solution B [mg/l]	Solution C [mg/l]	Solution D [mg/l]
acétique	40	100	200	400
propanoïque	40	100	200	400
isobutyrique	8	20	40	80
n-butyrique	16	40	80	160
isovalérique	40	100	200	400
n-valérique	8	20	40	80
isocaproïque	4	10	20	40
n-caproïque	4	10	20	40

### 6.3 Préparation de l'échantillon

Centrifuger l'échantillon pendant 15 minutes. Prélever 2.0 ml de surnageant dans un tube à centrifuger. Ajouter 5 gouttes d'une solution aqueuse  $\text{H}_2\text{SO}_4$  50 %, 500  $\mu\text{l}$  d'étalon interne, 2 ml de diéthyléther et une pointe de spatule de NaCl. Fermer le tube avec du parafilm et agiter au

rotamixer pendant au moins 5 minutes. Centrifuger à 2000 g pendant 2 minutes. Transférer à l'aide d'une pipette pasteur la phase organique dans un tube à essai contenant du  $\text{CaCl}_2$  anhydre. Fermer le tube avec du parafilm et attendre 15 minutes. L'échantillon est alors prêt pour injection. L'analyse se fait à double.

#### 6.4 Paramètres GC-FID

##### *Injecteur*

Température initiale : 220°C

Pression : 15 psi

Split ratio : 10:1

Split débit : 9.6 ml/min

Débit total : 13.7 ml/min

Gaz vecteur : Hélium

Injection : 1  $\mu\text{l}$

##### *Colonne*

DB-WAX, 122-7032, J and W Scientific

Longueur : 30 m

Diamètre intérieur : 0.25 mm

Film : 0.25  $\mu\text{m}$

##### *Four*

Etape	Chauffage [°C/min]	Température finale [°]	Temps en isotherme [min]	Durée totale [min]
0	-	120	0	0
1	8	200	0	10
2	20	230	0	11.5
3	2	234	0	13.5
4	10	240	5	19.1

##### *Détecteur*

Température : 300°C

Débit hydrogène : 40 ml/min

Débit air : 450 ml/min

Débit gaz make-up : 45 ml/min

Gaz make-up : hélium

## 6.5 Calculs

### Rapport des signaux AGV/Std

$$R_{AGVi} = \frac{\Delta_{std}}{\Delta_{AGVi}}$$

AGVi      acide gras volatils i = acide acétique, acide propanoïque, acide butyrique, acide isobutyrique, acide valérique, acide isovalérique, acide caproïque, acide isocaproïque.

$R_{AGVi}$       rapport des signaux std/AGVi sans unité

$\Delta_{AGVi}$       pente de la droite d'étalonnage de l'acide gras volatil i en pAsl/mg

$$C_i = \frac{A_{ei} \cdot R_{AVGi} \cdot m_{std}}{A_{std} \cdot V}$$

$\Delta_{std}$       pente de la droite de calibration du standard interne en pAsl/mgC<sub>i</sub>  
Concentration de l'acide gras volatil i dans le digestat en g/l

$A_{ei}$       Aire mesurée de l'acide gras volatil i en pAs

$m_{std}$       masse du standard interne en mg

$A_{std}$       Aire mesurée du standard interne en pAs

$V$       Volume de digestat prélevé en ml

## 6.6 Mini validation

### *6.6.1 Contrôle de l'adéquation de la quantité d'acide sulfurique*

Préparer l'échantillon selon 6.3 en ajoutant 5 fois plus d'acide sulfurique (25 gouttes en place des 5 gouttes).

la quantité d'acide est suffisante

### *6.6.2 Facteur de récupération des acides acétique et propanoïque*

Préparer l'échantillon selon 6.3 en prenant 1 ml de digestat + 1 ml d'une solution aqueuse d'acide acétique 5.9 g/l et d'acide propanoïque 2.6 g/l en place des 2 ml de digestat.

seulement 22 % de l'acide acétique et 48 % de l'acide propanoïque ajoutés sont mesurés.

### *6.6.3 Extraction d'une solution aqueuse d'acides acétique et propanoïque*

Préparer l'échantillon selon 6.3 en prenant 2 ml d'une solution aqueuse d'acides acétique 5.9 g/l et propanoïque 2.6 g/l en place des 2 ml de digestat.

seulement 20 % d'acide acétique et 44 % d'acide propanoïque sont mesurés par IC.

### *6.6.4 Analyse de l'acide acétique dans le digestat par HPLC-IC*

- Préparation de l'éluant H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5 mM

Dans un ballon jaugé de 2 l rempli aux trois quarts d'eau Milli-Q, ajouter 2 ml d'acide sulfurique 1 M. Compléter au trait de jauge avec de l'eau Milli-Q. Transvaser une partie du contenu dans une

bouteille de 1 l qui servira d'éluant pour l'analyse HPLC. Le solde servira pour la préparation des solutions standards et des échantillons.

– Préparation du digestat

Centrifuger le digestat pendant 15 minutes à 2000 g. Dans un ballon jaugé de 50 ml rempli aux trois quarts d'éluant, pipeter 250  $\mu$ l (vérification par pesée) du surnageant. Compléter au trait de jauge avec la solution d'élution  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.5 mM. Filtrer sur 0.45  $\mu\text{m}$ .

– Préparation des solutions d'étalonnage

- Solution mère A (1000 mg/l)

Dans un ballon jaugé de 100 ml rempli aux trois quarts de la solution d'élution  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.5mM, pipeter (vérification par pesée) 100 ul d'acide acétique. Compléter au trait de jauge à l'aide de la solution d'élution  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.5 mM.

- Standard B (100 mg/l)

Dans un ballon jaugé de 50 ml, pipeter 5 ml solution mère A. Compléter au trait de jauge à l'aide de la solution d'élution  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.5mM.

- Standard C (10 mg/l)

Dans un ballon jaugé de 50 ml, pipeter 5 ml standard B. Compléter au trait de jauge à l'aide de la solution d'élution  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.5mM.

- Standard D (1 mg/l)

Dans un ballon jaugé de 50 ml, pipeter 5 ml standard C. Compléter au trait de jauge à l'aide de la solution d'élution  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.5mM.

– Paramètres d'analyse HPLC-IC

Colonne de garde K2 PRP-X300 Hamilton, Metrohm No 6.10050.040

Colonne PRP-X300, 250 x 4.1 mm, Metrohm, No 6.10050.030

Phase mobile Solution  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.5mM dans  $\text{H}_2\text{O}$  milli-Q

Débit 1.3 ml/min

Volume d'injection 100  $\mu$ l

Temps de rétention 7.0 min

Température de la colonne 40°C

Réglage détecteur IC 732

Range : 2 mS/cm

Full scale : 10 mS/cm

Polarity : +

Offset : 10%

– *Calculs*

La courbe d'étalonnage est établie en assumant que la relation entre les concentrations (valeur de X en mg/l) et les intensités (valeur Y en mVs) est linéaire et suit l'équation suivante :

$$Y = aX + b$$

a : pente de la droite [mVs/(mg/l)]

b : origine de la droite [mVs]

La concentration dans la solution mesurée ( $C_s$  en mg/l) est calculée par

$$C_s = \frac{Y - b}{a}$$

La concentration d'acide acétique dans l'échantillon ( $C_g$  en g/l) est donnée par l'équation :

$$C_g = \frac{C_s \cdot V_d \cdot 1000}{1000 \cdot 1000 \cdot V_p}$$

$V_d$     volume de dilution de l'échantillon en ml

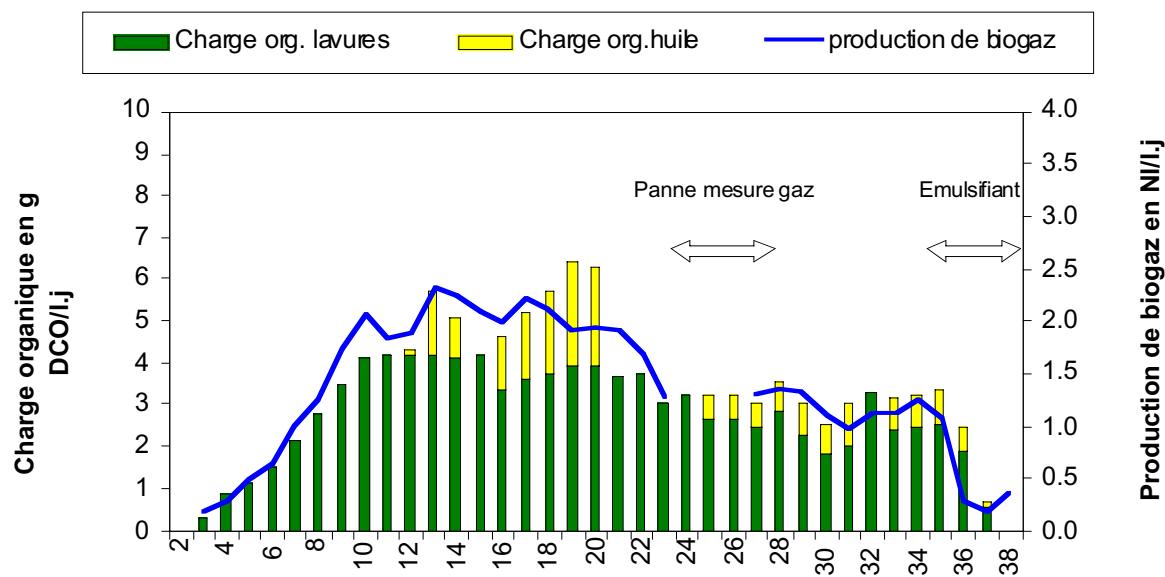
$V_p$     volume prélevé pour la dilution en ml

#### 6.6.5 Conclusion

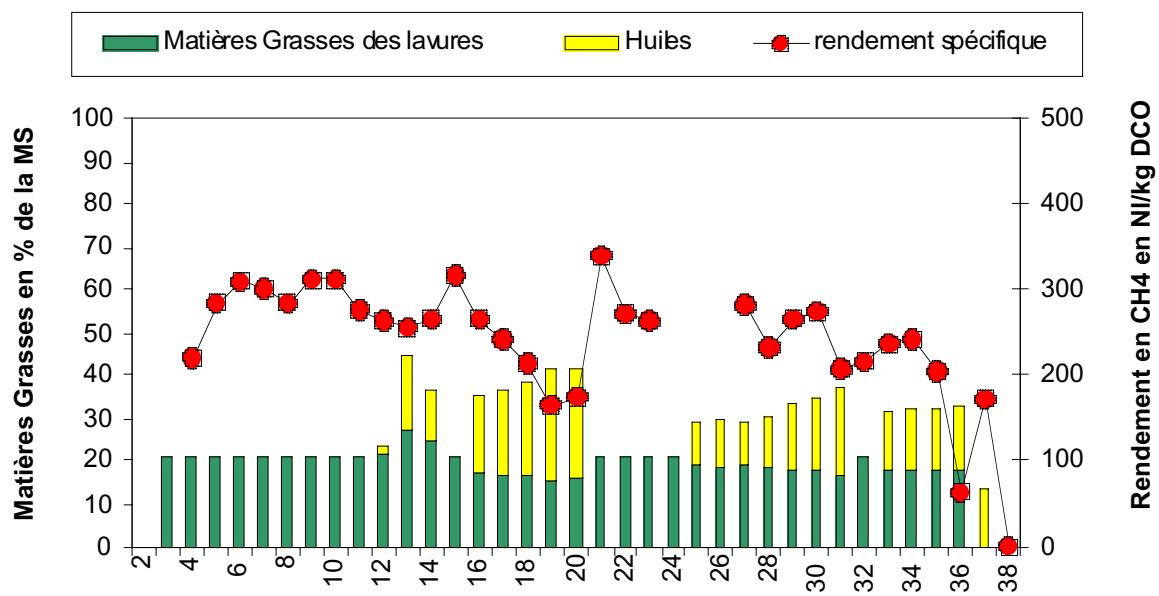
Selon cette méthode HPLC-IC la valeur mesurée est environ 5 fois plus élevée que celle mesurée par GC-FID. Cela confirme les observations faites sous 6.6.2 et 6.6.3.

## 8.5 Annexe 5 : Evolution des paramètres de fonctionnement du bioréacteur

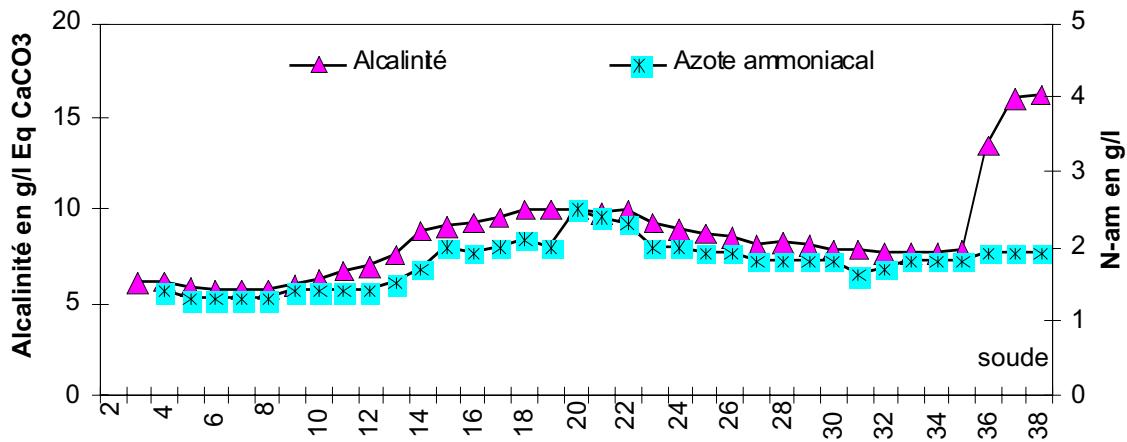
**Figure 1.a)** Charge organique et production de biogaz



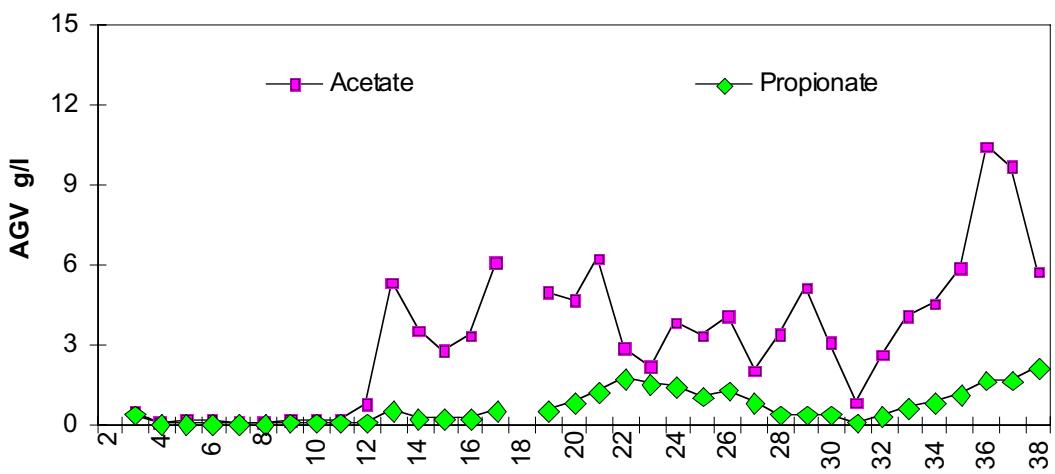
**Figure 1.b)** Concentration en matières grasses dans l'alimentation et rendement spécifique en méthane



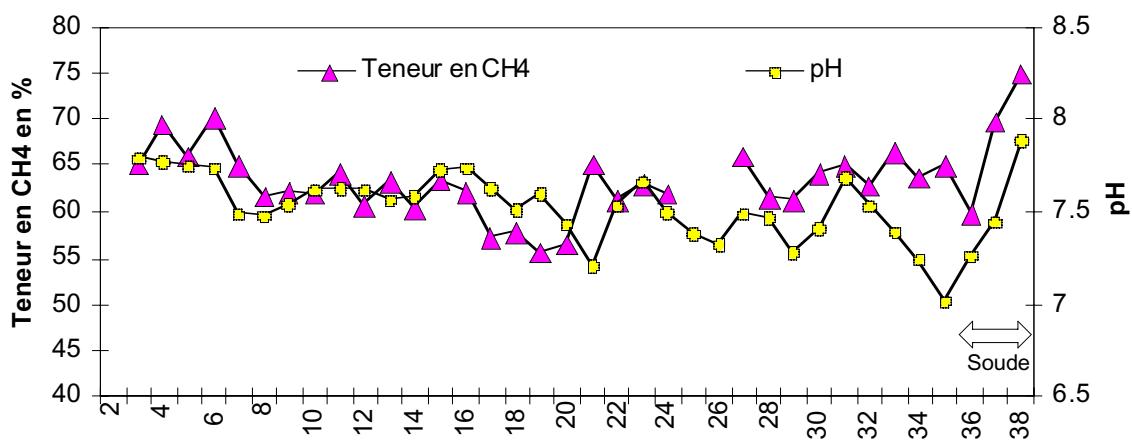
**Figure 2.a) Alcalinité et azote ammoniacal**



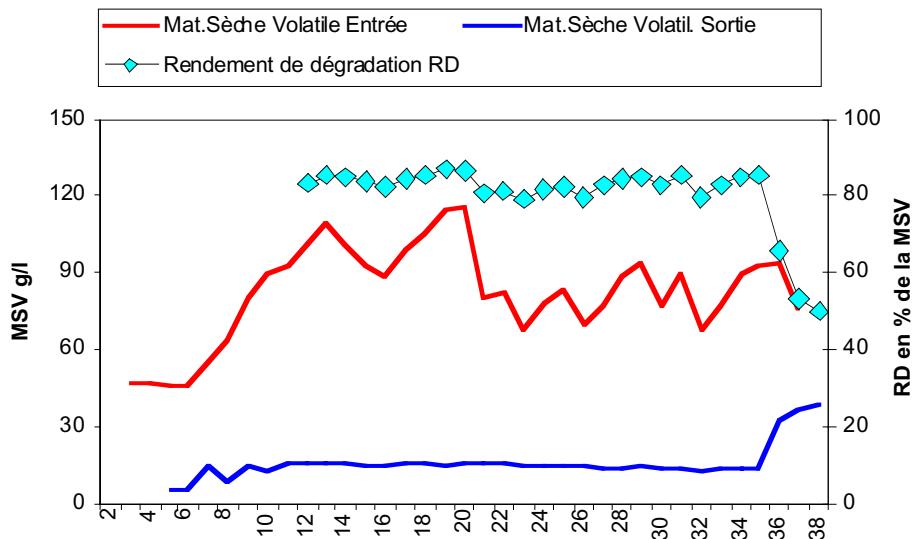
**Figure 2.b) Acides gras volatils**



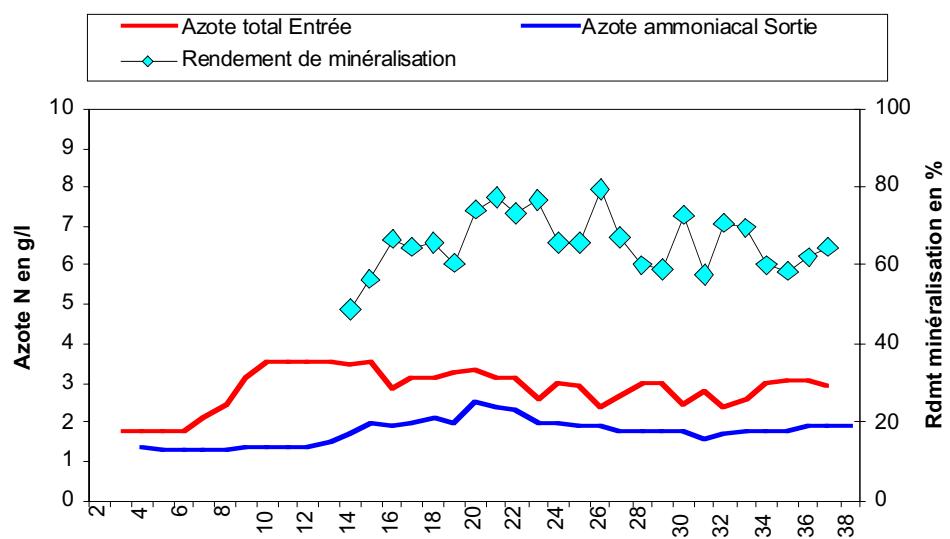
**Figure 2.c) Teneuren méthane et pH**



**Figure 3.a** Bilan entrée-sortie sur la matière organique



**Figure 3.b** Bilan entrée-sortie sur l'azote



## 8.6 Annexe 6 : Cahier des charges pour la consultation

### 8.6.1 Déchets à traiter

#### **Déchets alimentaires de restauration broyés, cuits à 70°C, homogénéisés**

Quantité : 9000 tonnes par an

Aspect : produit liquide visqueux, riche en matière en suspension et en fibres, et susceptible de contenir en faible proportion des matériaux résiduels de dimension >10mm (par exemple os)

Composition :

Matière sèche : 12 à 15%

Matière organique : 90 à 95 % de la MS

N total : 3 à 4 % de la MS

P total : 0.2 à 0.3% de la MS

Graisses totales : 20-25% de la MS

DCO totale : 150 à 200 g d'O<sub>2</sub>/kg frais

#### **Huiles comestibles usagées (friture)**

Quantité : 200 m<sup>3</sup> par an

Aspect : produit solide à température ambiante, contenant du sel de cuisine susceptible de cristalliser

Composition :

Matière sèche : ± 100%

Matière organique : ± 100% de la MS

N total < 0.05 % de la MS

Graisses totales : ± 100% de la MS

DCO totale : 2 400 g O<sub>2</sub> /kg

### 8.6.2 Résultats des expérimentations en réacteur pilote

Une expérimentation de 9 mois en réacteur pilote infiniment mélangé, a été réalisée dans les conditions suivantes :

- Fonctionnement du réacteur à la température de 50°C (pour favoriser la dispersion des huiles)
- Dilution préalable à ± 10% MS (pour éviter une concentration inhibitrice en ammoniac dans le digesteur, due à la minéralisation de l'azote organique des déchets alimentaires)
- Charge organique maximale de 4 à 5 kg DCO/m<sup>3</sup>.jour, en réacteur infiniment mélangé
- Chargement continu 24h/24 et 7j/7 pour éviter l'accumulation transitoire de produits d'hydrolyse (Acides Gras Longs)

Les performances observées ont été les suivantes :

- Production de biogaz : 400 à 430 normo-litres/ kg DCO introduit
- Teneur en CH<sub>4</sub> du biogaz : 60 à 65%
- Rendement de dégradation de la matière sèche organique : 80 à 85%

Elle a permis en outre de mettre en évidence la nécessité d'un système de brassage spécifique pour éviter la formation d'une "croûte grasse" à la surface du volume utile du réacteur, due à la tendance des graisses à la flottation.

### **8.6.3 Description de l'installation demandée :**

L'installation comprendra les éléments suivants

- Le stockage des substrats, sachant que les livraisons sont de :
  - déchets alimentaires cuits, broyés : 35 tonnes/jour, 5 jours par semaine
  - huiles : 4 m<sup>3</sup> par semaine
- La préparation complémentaire des substrats, si nécessaire, en fonction du procédé de méthanisation proposé
- Un réacteur de méthanisation complet, compatible avec la teneur en matière sèche et la teneur en graisses du substrat
- Le traitement de l'effluent digéré pour obtenir une concentration en MES inférieure à 5 g/l

**En option :** le traitement complémentaire de l'effluent digéré, avec les spécifications suivantes pour l'effluent liquide :

- MES : 200 mg/l
- DCO : 500 mg/l
- NTK : 50 mg/l
- P tot : 11 mg/l

## **8.7 Annexe 7 : Illustrations photographiques**

1. Huiles comestibles usagées (MC'DONALD'S SION, août 2001)
2. Soupe de déchets alimentaires (SECOPORC GOLLION, août 2001)
3. Local abritant l'installation-pilote, avant installation (STEP CHÂTEAUNEUF, janvier 2001)
4. Cuve stockage huiles
5. Digesteur pilote isolé et cuve de stockage lavures
6. Vue générale de l'installation
7. Digesteur-pilote, au premier plan : comptage du biogaz
8. Essai de tamisage de la soupe fourragère (mars 2001)
9. Fin de l'essai-pilote (26.11.2001); quelques acteurs du projet  
(de gauche à droite) : M. Antoine FORNAGE (EIVs), Mme Aurélie CHAPPAZ (VATECH WABAG), M. Romolo CICCIARELLI (EIVs), M. Luc FAVRE (STEP-Châteauneuf-Sion), et Mme Dr Hélène FRUTEAU de LACLOS (EREP SA).



1.



2.



3.

4.



5.



6.



7



8.



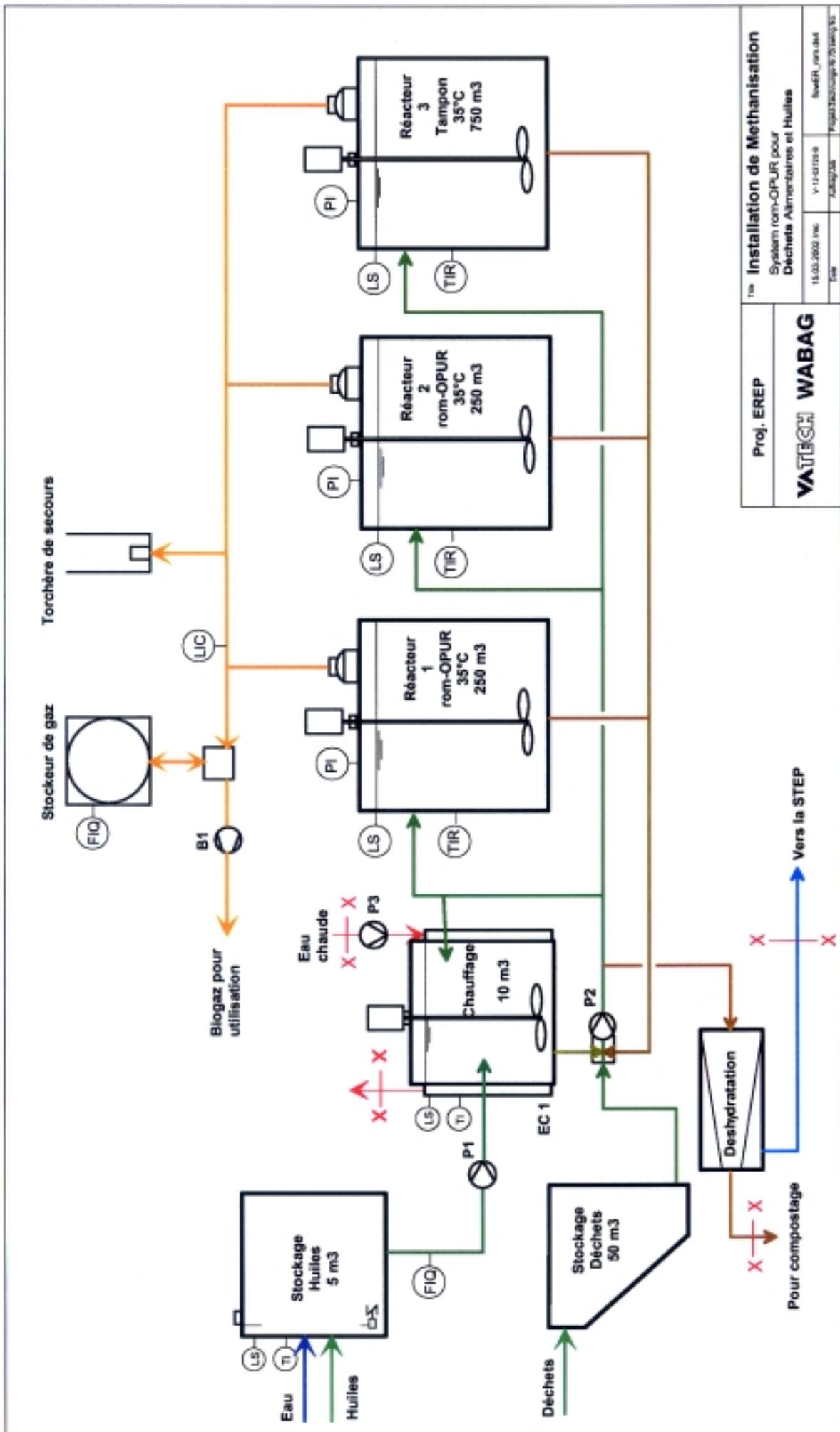
9.

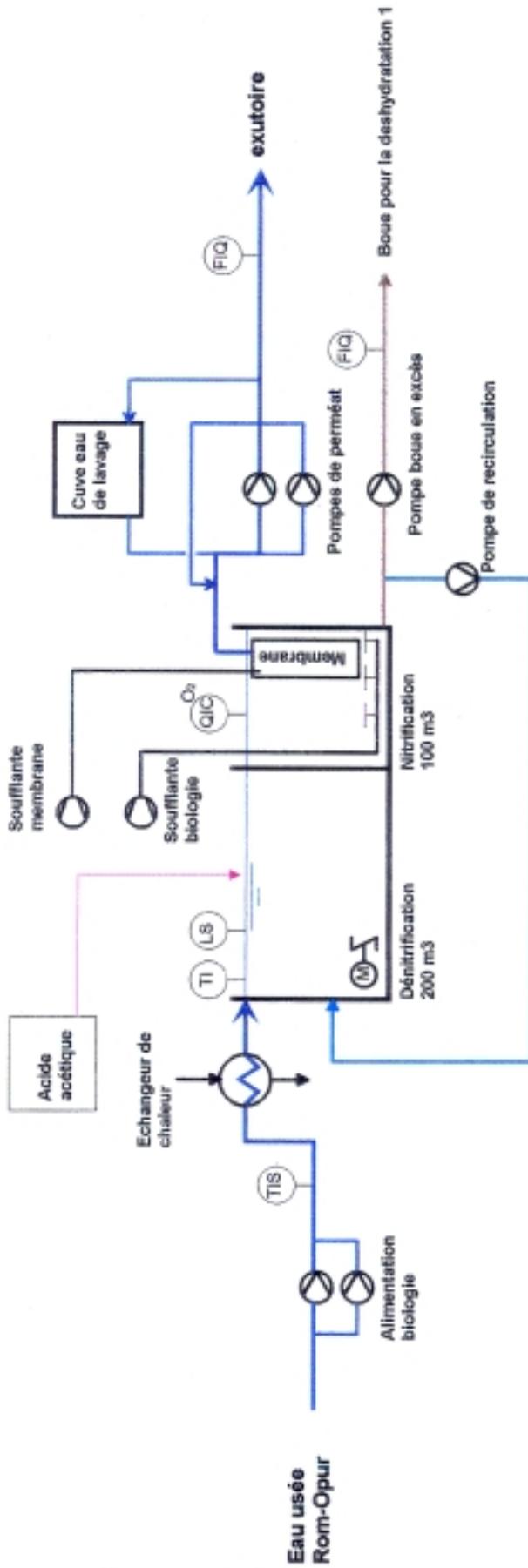


## **8.8 Annexe 8 : Schémas VA TECH WABAG**

### **Evaluation industrielle**

1. Installation de méthanisation
2. Epuration finale





Projet EREP		"OPEN-HUILES"	
Épuration finale avec membrane immergée		Schéma de Procédé	
67-36-36203 / 1/0	0-1-22726-4	Procédé	Procédé
Exo	ActipAK	WABAG	WABAG