

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE

FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT

THEME

Traitements et valorisation des déchets grassex

Présenté par : **BOUCHAMA AMIRA**
LAMRANI AHMED

Soutenu publiquement, le 06/07/2017, devant le Jury composé de :

Mme MAZARI	Tassadit	MCA	UMMTO	PRESIDENT
Mme CHEIKH	Assira	MCB	UMMTO	ENCADREUR
Mme ALI	Oumessaad	MCB	UMMTO	EXAMINATEUR
Mr KADOUCHE	Slimane	MCA	UMMTO	EXAMINATEUR

2016 - 2017

Remerciements

Le travail présenté dans ce mémoire de fin d'étude a été effectué au sein du laboratoire de chimie de l'environnement, faculté des sciences, Université De Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.

Ce mémoire n'aurait pas été possible sans l'intervention, consciente, d'un grand nombre de personnes.

Nous souhaitons ici les remercier.

Tout d'abord on exprime notre profonde gratitude et nos remerciements à notre promotrice, Mlle CHEIKH Assira, Maître de conférences (B) à l'Université de Tizi-Ouzou, pour avoir assuré l'encadrement scientifique de notre travail. C'est grâce à sa gentillesse, sa modestie, sa riche expérience et la confiance qu'elle a témoigné à notre égard, qu'on a pu arriver à la conclusion de ce travail.

On remercie le président du jury, Mme Mazari Maître de conférences (A) à l'Université de Tizi-Ouzou pour avoir accepté de présider le jury de soutenance de ce mémoire.

On remercie également Mlle ALI Oumessaad, Maître conférence (B) à l'Université de Tizi-Ouzou et Mr Kadouche Slimane, Maîtres de conférences classe (A) à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou pour avoir accepté de juger ce travail.

Nous tenons à remercier l'ingénieur du laboratoire de chimie de l'environnement pour nous avoir permis de travailler dans des conditions favorables.

Nous remercions aussi l'ensemble des personnes de la station d'épuration ONA de Boghni pour nous avoir permis de prélever nos échantillons.

Nos remerciements les plus chaleureux vont à tous nos camarades pour leurs encouragements et pour l'ambiance agréable tout au long de ce stage et en particulier les personnes présentes au labo grâce auxquelles on a passé d'excellents moments.

On tient à témoigner nos infinis remerciements à nos familles qui nous ont accompagnées, aidé, soutenu et encouragé tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Enfin, nous tenons à remercier tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

A mes parents pour leur amour inestimable, leur confiance, leur soutien, leurs sacrifices et toutes les valeurs qu'ils ont su m'inculquer.

A ma grand-mère pour sa douceur et sa gentillesse.

A ma sœur pour sa tendresse.

A mon frère pour sa complicité et sa présence malgré la distance qui nous sépare.

A ma tante pour toute l'affection qu'elle m'a donnée et pour ses précieux encouragements.

A mon neveu, ma plus grande source de bonheur, j'espère que la vie lui réserve le meilleur.

A toute ma famille ainsi qu'à mes amis.

Bouchama Amira

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à la mémoire de mon père, puisse-t-il reposer en paix.

A ma mère, qui a tant fait pour nous.

A mes sœurs et à mes beaux-frères.

A tous mes amis (es) et camarades.

Lamrani Ahmed

Liste des abréviations

DCO : Demande chimique en oxygène (**mg d'O₂/L**).

DBO : Demande biologique en oxygène (**mg d'O₂/L**).

MES : Matière en suspension (**mg/L**).

MG : Matière grasse (**mg/L**).

MM : Matière minérale (**mg/L**).

MO : Matière organique.

MVS : Matière volatile sèche (**mg/L**).

ONA : Office National d'Assainissement.

CPG : Chromatographie en phase gazeuse.

Liste des figures

Figure	PAGE
Figure.I. 1 : Schéma des différentes voies de dégradation des lipides.....	8
Figure. II. 1 : Techniques de prétraitement.....	16
Figure. II.2 : Dispositif expérimental pour le traitement anaérobie.....	18
Figure. II. 3 : Dispositif expérimental pour le traitement aérobie.....	19
Figure. II. 4 : Dispositif expérimental de saponification.....	20
Figure. III.1 : Variation de la DCO en fonction des différentes valeurs de pH de Saponification.....	25
Figure. III.2 : Variation du taux d'abattement de la DCO en fonction du taux de MVS.....	26
Figure. III. 3 :Analyse du biogaz avec la CPG pour le 1 ^{er} échantillon.	27
Figure. III. 4 : Spectre CPG du biogaz pour le 2 ^{eme} échantillon.....	28
Figure. III. 5 : Pourcentage massique du CH ₄ et CO ₂ dans les deux échantillons.....	29
Figure. III. 6 : Variation du taux d'abattement de la DCO en fonction du taux de MVS.....	30
Figure. III. 7 : Spectre CPG du biogaz pour le 2 ^{eme} échantillon.....	31
Figure. III. 8 : Pourcentage du CH ₄ dans les 3 échantillons.....	32
Figure. III. 9 : Abattement de la DCO et la M.G avec l'utilisation d'une boue adaptée.....	33
Figure. III. 10 : Surnagent issue du traitement biologique aérobie.....	34
Figure. III. 11 : Différents savon obtenu après saponification.....	36
Figure. III. 12 : Propriétés moussantes du savon liquide.....	36
Figure. III. 13 : Teste de présence des traces du savon.....	37

Liste des tableaux

Tableau	PAGE
Tableau. II. 1 : Quelques paramètres de caractérisation des déchets grassex.....	17
Tableau. III. 1 : Teneur moyennes et limites des paramètres caractérisant le rejet.....	21
Tableau. III. 2 : Résultats finaux obtenus après traitement aérobie.....	33
Tableau. III. 3 : Caractéristique des huiles de fritures nécessaire pour la saponification.....	34

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....1

Partie théorique

Chapitre I : Etude bibliographique

I. Les déchets graisseux et leurs traitements

I.1.Définition des graisses.....	3
I.2.Composition des graisses.....	3
I.2.1.Constituants majeurs	3
I.2.2.Constituants mineurs	4
I.2.2.1.Les phospholipides	4
I.2.2.2.Les cérides	4
I.2.2.3.Les substances insaponifiables	5
I.2.3.Les acides gras	5
I.3.Principales caractéristiques physico-chimiques des lipides	6
I.3.1.Solubilité.....	5
I.3.2.La biodégradabilité	5
I.3.3.Le point de fusion.....	6
I.3.4.Densité.....	6
I.4.Origine des déchets graisseux dans la station d'épuration.....	7
I.5.Problèmes causés par les graisses	7
I.6.Dégradation des lipides	7
I.7.Différentes méthodes de traitement des déchets graisseux.....	9
I.7.1.Coagulation-Neutralisation-floculation	9
I.7.2.Incinération	9
I.7.3.Compostage	9
I.7.4.Traitement biologique aérobie des graisses.....	10
I.7.5.Traitement biologique anaérobie	10
I.7.5.1.Paramètres qui influent sur le traitement biologique anaérobie	11
I.7.5.1.1.Oxygène.....	11
I.7.5.1.2.Température.....	11

I.7.5.1.3.Valeur du pH	12
I.7.5.1.4.Apport en nutriment.....	12
I.7.5.1.5.Les inhibiteurs	12
I.8.Procédés de valorisation	13
I.8.1.Saponification.....	13

Partie expérimentale

Chapitre II : Matériels et méthodes

II.1.déchet de l'ONA.....	15
II.1.1.Echantillonnage	15
II.1.2.Prétraitement des déchets	15
II.1.2.1.Traitement manuel	15
II.1.2.2.Mélange et agitation	16
II.1.3.caractérisation du rejet	16
II.1.4.Essais de traitement.....	17
II.4.1.Réactifs	17
II.4.2.Appareillage.....	17
II.4.3.Mode opératoire	18
II.1.5.Traitement complémentaire.....	18
II.2.Huile de friture usagée	19
II.2.1Essai de valorisation	19
II.2.1.1.Réactifs	19
II.2.1.2.Mode opératoire.....	19

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1.déchet de l'ONA	21
III.1.1.Caractérisation du rejet.....	21
III.1.1.1.Interprétation des paramètres	22
III.1.2.Traitement anaérobie	24
III.1.2.1.Phase de saponification	24
III.1.2.1.1.Influence de la saponification sur la DCO initial.....	25
III.1.2.2.Essais de traitement en milieu anaérobie.....	25
III.1.2.2.1.Influence des taux de MVS sur le traitement biologique ..	25
III.1.2.2.2.Analyse du biogaz.....	27
III.1.2.3.Traitement biologique en milieu totalement anaérobie	29

III.1.2.3.1.Influence du taux de MVS sur le traitement	30
III.1.2.3.2.Analyse du biogaz issue du traitement.....	31
III.1.2.4.Traitement avec une boue adaptée	32
III.1.2.4.1.Traitement complémentaire	33
III.2.Huiles de fritures usagées.....	34
III.2.1.Caractéristique du rejet	34
II.2.1.1.intérpretation des résultats.....	35
III.2.2.Essais de valorisation.....	35
III.2.2.1.Fabrication d'un savon dur	35
III.2.2.2.Fabrication d'un savon mou.....	36
III.2.2.3.Fabrication d'un savon liquide	36
III.2.3.Teste de présence de savon	37
Conclusion générale	38
Références bibliographiques	

Introduction générale

Introduction générale

Le siècle dernier a connu un accroissement démographique exceptionnel, la population a été multipliée par six et au rythme de croissance actuelle les prévisionnistes de l'ONU tablent sur un doublement de la population mondiale d'ici 2050.

Cet essor (activité) démographique est accompagné d'un fort développement économique qui, faute d'une gestion réfléchie des ressources, a marqué durablement l'environnement. Ce dernier est défini comme étant l'ensemble des aspects physiques, chimiques, biologiques et des facteurs sociaux et économiques susceptibles d'avoir un effet direct ou indirect, immédiat ou à long terme, sur les êtres vivants. Ces effets peuvent être visibles à plusieurs niveaux tels que l'épuisement des ressources naturelles, érosion de la biodiversité, augmentation de la pollution et réchauffement climatique.

Après la sensibilisation de l'homme à tous ces problèmes environnementaux et aux dégâts de ses activités sur son environnement, le passage aux actions correctives s'est avéré nécessaire.

C'est pourquoi des activités de production et de consommations industrielles reconnaissent aujourd'hui que le traitement des déchets constitue l'enjeu écologique de cette fin de siècle. Après que ces déchets ont été longtemps considérés comme des résidus sans valeur, la mise en place d'une véritable filière de traitement de ces derniers s'imposent, tels que le traitement des eaux usées qui se fait actuellement dans les stations d'épurations.

En Algérie, l'Office Nationale d'Assainissement (ONA) qui s'occupe de l'épuration des eaux usées rencontre des obstacles. En effet les graisses contenues dans les effluents domestiques engendrent de nombreux problèmes au niveau des stations. Certaines graisses ont tendance à se solidifier et peuvent provoquer le colmatage des canalisations et leur fort caractère fermentescible est responsable de nuisances olfactives dans les réseaux et au niveau de l'ONA.

Ainsi pour éviter cette pollution, ces graisses sont stockées pour ensuite être placées dans un centre d'enfouissement technique (CET). Il est donc important de pouvoir réduire les déchets graisseux de l'effluent à traiter et de les éliminer.

Dans ce contexte, nous avons mené une étude sur le traitement et la valorisation des déchets gras issus de l'ONA ainsi que les huiles de friture usagées des restaurants.

Le but de ce travail est de proposer de nouvelles mesures pour protéger l'environnement. Ainsi, nous présentons un modèle de traitement de ces déchets par voie anaérobie, qui consiste à transformer la matière organique sous l'effet de l'activité microbienne en absence de l'oxygène et à produire du biogaz, d'une part et d'autre part, synthétiser un savon par l'hydrolyse de la matière grasse dite aussi: saponification.

Le mémoire que nous présentons est divisé en trois parties:

- La première partie est consacrée à une étude bibliographique sur les lipides et aborde de façon générale les données de la littérature sur leurs présences dans les eaux usées, leur comportement et nuisance, puis les différentes solutions de traitement et de valorisation actuellement retenues.
- La deuxième partie présente les matériels et méthodes utilisés pour l'étude de l'élimination et la valorisation des déchets gras.
- La troisième et dernière partie fait l'objet de la présentation et de la discussion approfondie des résultats obtenus.

En fin, ce manuscrit est achevé par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I

Etude Bibliographique

I. Les déchets graisseux et leurs traitements :

I. 1. Définition des graisses :

Les lipides (graisses) sont des esters composés d'alcool et d'acides gras à plus ou moins longue chaîne qui peuvent dans certains cas se combiner avec d'autres éléments. La réaction d'estérification est la suivante :

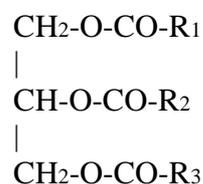


L'hydrolyse d'un lipide correspond à la réaction inverse. Elle peut être biologique par l'intermédiaire d'enzymes ou chimique (saponification) par ajout d'une base. On parlera de lipides simples : esters d'acides gras et de divers alcools, de lipides complexes : di- ou triesters auxquels s'ajoutent divers groupements phosphorés [1].

I. 2. Composition des graisses :

I. 2. 1. Constituants majeurs :

Les lipides sont essentiellement d'origine animale ou végétale. On les nomme aussi matière grasse ou graisses, et sont principalement composés de triglycérides 98 % de la masse. La formule chimique d'un triglycéride peut s'écrire :



Le glycérol possède trois fonctions alcools, on parle de:

- Mono-glycéride lorsqu'une fonction alcool est estérifiée
- Diglycéride lorsque deux fonctions alcools sont estérifiées
- Triglycéride lorsque les trois fonctions alcools sont estérifiées. On parlera également de :
 - triglycérides simples lorsque les acides gras sont identiques ($R_1 = R_2 = R_3$)
 - triglycérides mixtes lorsque les acides gras sont différents : cas des corps gras alimentaires [1].

I. 2. 2. Constituants mineurs :

En plus des triglycérides qui sont les constituants majoritaires, les corps gras contiennent des constituants mineurs dont la teneur est très faible et l'intérêt n'est pas moindre. On peut citer les phospholipides, les cériques et les substances insaponifiables [3].

I. 2. 2. 1. Les phospholipids:

Ce sont des diesters d'acides gras et de glycérol dont la troisième fonction alcoolique est liée à un acide phosphorique qui lui-même peut être associé à une base alcoolique azotée ou un acide aminé. Ce sont les principaux constituants des membranes biologiques [3].

I. 2. 2. 2. Les cériques:

On désigne par ce nom général des esters d'acides gras et de mono ou dialcools de masse moléculaire suffisamment élevée pour que ces alcools soient insolubles dans l'eau. Parmi les cériques, on a:

- **Les cires:** ce sont des esters d'acides gras et de mono alcools aliphatiques. Les cires sont présents aussi bien dans les lipides animaux que dans les lipides végétaux. Chez les végétaux, les cires contribuent à la formation des pellicules protectrices des graines et des fruits [3].
- **Les stérides :** ce sont des esters d'acides gras et de stérols. Les stérols sont des alcools tetracycliques rattachés au groupe des stéroïdes. Les esters de cholestérol sont les seuls stérides des tissus animaux dans lesquels ils sont très réponsus, tandis que dans les tissus végétaux renferment des esters de nombreuses stérols différents [3].

I. 2. 2. 3. Les substances insaponifiables:

La fraction insaponifiable d'un corps gras donné comprend l'ensemble de ses constituants, qui après hydrolyse basique (saponification), sont très peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques (hexane, heptane, éther de pétrole, chloroforme...) [3].

La proportion de ces composés dans un corps gras dépend de son origine, des traitements qu'il a subis ainsi que la nature du solvant de l'extraction. Cette fraction représente 0,2 à 2 % des lipides totaux du corps gras. Les principaux constituants de l'insaponifiable sont:

- Les hydrocarbures divers :
- Hydrocarbures aliphatiques saturés et insaturés.
- Hydrocarbures triterpéniques (squaléne).
- Des composés terpéniques : des alcools triterpéniques et stérols.
- Des alcools gras.
- Les vitamines liposolubles (A, D, E).
- Les composés phénoliques [3].

I. 2. 3. Les acides gras:

Tous les acides gras sont constitués d'une chaîne hydrocarbonée comprenant un groupement méthyle (CH_3 -) à l'une de ses extrémités et un groupement carboxyle ($-\text{COOH}$) à l'autre extrémité [2].

Ils sont rarement à l'état libre dans la nature et ils se trouvent essentiellement sous forme estérifiés. Ce sont des composants pondéralement majoritaires des triglycérides. Ils représentent 90 à 96 % de la masse molaire des lipides totaux. En règle générale, ces acides gras sont mono carboxyliques à chaîne linéaire non ramifiée comprenant un nombre paire d'atomes de carbone compris entre 4 et 24 [3].

I. 3. Principales caractéristiques physico-chimiques des lipides :

La longueur de leur chaîne carbonée, le degré de saturation de cette chaîne et l'isomérisation vont avoir une influence importante sur les propriétés des acides gras, et par conséquent des lipides.

I. 3. 1. Solubilité :

L'insolubilité dans l'eau des acides gras saturés augmente avec le nombre d'atomes de carbone constituant la molécule et le caractère « gras » n'apparaît qu'à partir de six à huit atomes de carbone.

Les graisses sont solubles dans les solvants apolaires tel que (éther, benzène, chloroforme), l'alcool chaud ou encore dans l'acétone ce qui les différencie des phospholipides [5].

I. 3. 2. La biodégradabilité :

La biodégradabilité des corps gras est facilitée lorsqu'ils comportent des acides gras insaturés. À l'opposé, les acides gras saturés présentent une plus grande stabilité et leur assimilation est plus difficile [1].

I. 3. 3. Point de fusion :

Le point de fusion augmente avec la longueur de la chaîne carbonée, diminue avec le nombre de doubles liaisons, lui-même étant dépendant de l'isomérisation. Les températures de solidification des corps gras alimentaires varient en fonction de leur composition en acides gras. Les acides gras saturés sont le plus souvent solides à la température ordinaire. En revanche, les acides gras insaturés sont liquides à ces mêmes températures, c'est le cas des huiles [1].

I. 3. 4. Densité :

La densité des lipides est inférieure à celle de l'eau. À titre indicatif, voici les masses volumiques de quelques corps gras : 910 kg/m^3 pour le beurre, 917 kg/m^3 pour l'huile d'olive, 922 kg/m^3 pour l'huile de tournesol [1].

I. 4. Origines des déchets gras dans la station d'épuration :

Les matières grasses rejetées au réseau d'assainissement sont d'origine domestique (graisses animales et huiles végétales des eaux des cuisines, excréta des eaux-vannes, savons des eaux de toilette) ou d'origine non domestique. Dans le domaine des graisses de type non domestique, les principales industries responsables de ces rejets sont issues de la restauration et de l'activité de boucherie [1].

I. 5. Problèmes causés par les graisses :

Le caractère "pâteux" des graisses lié à leur solidification à température ambiante associée au fait qu'elles soient insolubles, font qu'elles présentent un risque de colmatage des canalisations [4].

Leurs présences occasionnent des nuisances olfactives. Elles favorisent la croissance de microorganismes filamenteux (mousses brunes visqueuses) qui ralentissent la décantation des boues. Et surtout, elles créent un film lipidique qui diminue les transferts entre l'eau et l'air ambiant, entre l'eau et le floc des bassins d'aération ce qui en réduit considérablement les performances. « Un litre d'huile suffit à recouvrir 100 mètres carrés d'eau d'une fine particule lipidique qui l'empêche de respirer » [4].

Les graisses représentent près de 38 % de la DCO, de la pollution organique, des eaux brutes en entrée de station d'épuration: 1 mg de lipides équivaut à 2,3 mg de DCO.

Pour toutes ces raisons, tout est fait pour diminuer la présence des graisses dans les eaux brutes, y compris leur collecte séparée à la source. C'est pourquoi l'élimination des graisses fait partie des toutes premières étapes de prétraitement dans les stations d'épuration [4].

I. 6. Dégradation des lipides :

Les lipides, essentiellement composés de triglycérides, peuvent subir plusieurs voies de dégradations résumées dans figure.I. 1.

L'hydrolyse entraîne la libération d'acides gras soit par voie chimique sous l'effet de la température soit par voie enzymatique sous l'action des lipases apportées par des bactéries, des levures et des moisissures. L'activité lipolytique se réalise à l'interface eau/lipide avec destruction par le blanchiment pour les produits végétaux ou par oxydation, isomérisation, et polymérisation [2].

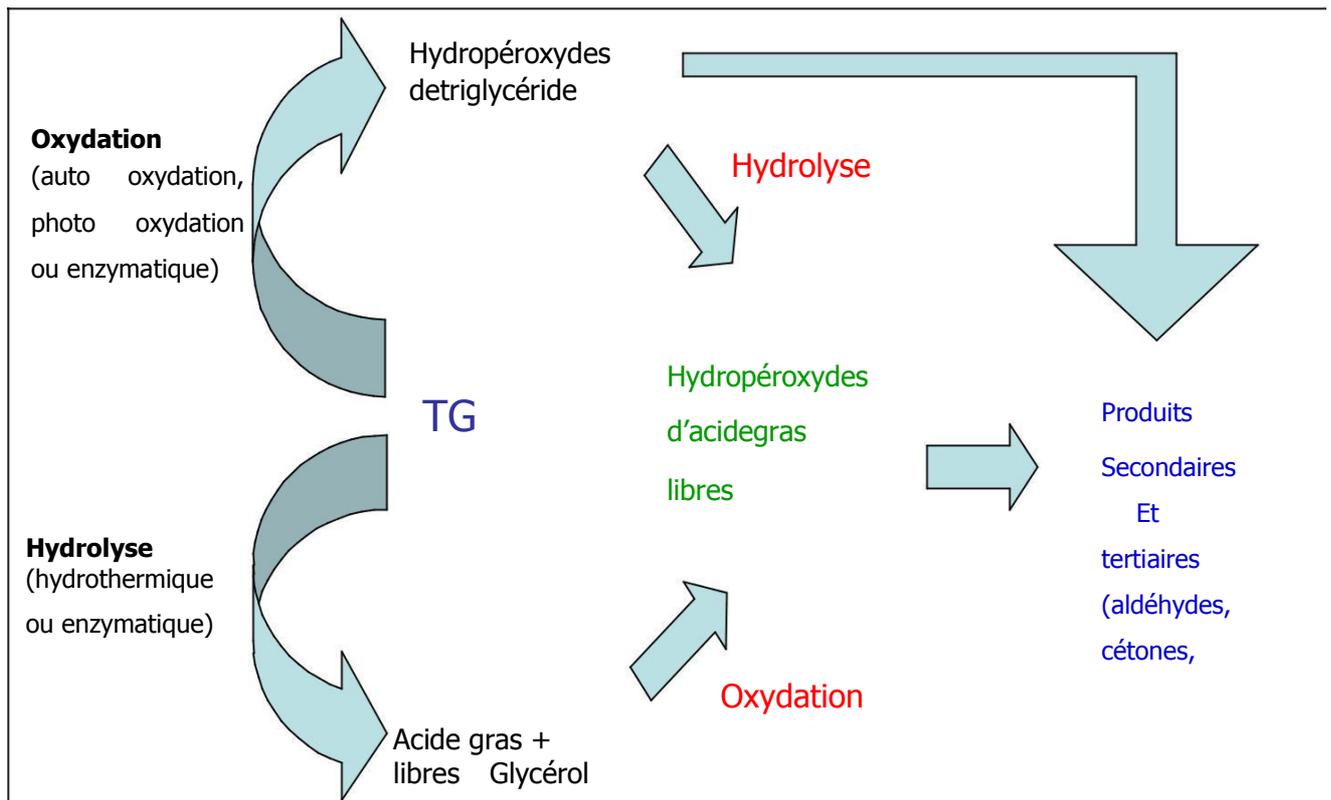


Figure.I. 1. Schéma des différentes voies de dégradation des lipides.

Les acides gras sont sensibles aux oxydations chimiques ou biologiques, processus de fragmentations oxydatives des chaînes d'acide gras principalement insaturés avec formation de petites molécules (aldéhydes, acide carboxyliques, cétones...) et d'odeurs déplaisantes [2].

L'oxydation chimique se fait à l'aide d'oxydants puissants (ozone, ion permanganate en milieu alcalin) qui provoquent la scission de la molécule d'un acide gras insaturé en mono et diacides. L'oxydation biologique permet la dégradation des acides gras pour libérer de l'énergie sous l'action de certaines enzymes entrant dans le cycle de la β -oxydation [2].

A l'air libre, les huiles et les graisses subissent une auto-oxydation avec production de peroxydes qui provoquent le rancissement. La rupture de la chaîne produit alors des acides toxiques et des aldéhydes responsables de l'odeur. L'auto-oxydation provoque également la siccativité des huiles polyinsaturées comme l'huile de lin qui se polymérise en vernis et autres solides imperméables à l'eau par fixation du dioxygène [2].

Ce processus est contrôlé par différents facteurs comme la lumière, certains catalyseurs (métaux lourds, pigments naturels...), l'activité de l'eau, la température de l'eau, le degré d'insaturation des acides gras, la présence ou l'absence d'oxygène ou d'antioxydant (substance d'origine naturelle ou artificielle) [2].

I. 7. Différentes méthodes de traitement des déchets graisseux :

I. 7. 1. Coagulation-Neutralisation-Floculation :

C'est un procédé physique basé sur une coagulation au FeCl_3 suivie d'une neutralisation par du lait de chaux et d'une floculation par ajout d'un floculant organique. Les boues sont ensuite épaissies et déshydratées. Ce procédé ne traite pas la matière organique, il ne fait que la concentrer. En France le déchet obtenu n'est plus accepté en décharge après 2002. L'effluent issu des phases d'épaississement est encore très chargé et nécessite un traitement avant rejet dans le milieu récepteur [1].

I. 7. 2. Incinération :

Elle peut être réalisée spécifiquement ou conjointement avec des ordures ménagères ou des boues de stations d'épuration. Les déchets graisseux doivent être préalablement déshydratés en raison de leur forte teneur en eau. Les déchets graisseux déshydratés peuvent provoquer des coups de feu dans les fours, inconvénient majeur pour la gestion des boues. L'incinération des graisses seules nécessite une siccité de l'ordre de 20 % et représente un pouvoir calorifique important important (entre 33 500 à 45 000 kJ/kg de matière grasse). Ce procédé entraîne le traitement des fumées, ce qui augmente le coût de traitement [2].

I. 7. 3. Compostage :

Les déchets graisseux sont mélangés à un support (végétaux ou sciures par exemple) et moyennant un apport de nutriments (N et P) on obtient au bout de quelques mois, après une phase de maturation, un produit stable et non odorant pouvant être utilisé en compost. Ce sont généralement les techniques en andains ou en tas qui sont utilisées. Le compostage permet une diminution de 40 % du volume brut initial, une diminution de l'humidité de 30 % et l'hygiénisation du produit final par la chaleur. On obtient un résidu riche en matières humifiables, en sels minéraux et en micro-organismes [2].

I. 7. 4. Traitement biologique aérobie des graisses :

Les graisses vont subir d'abord une hydrolyse biologique grâce aux exo-enzymes appelées lipases (coupure au niveau des liaisons esters) pour former des acides gras et des alcools. Des endoenzymes vont ensuite catalyser l'hydrolyse de ces acides gras majoritairement à longues chaînes par une succession de coupures oxydatives (mécanisme de la bêta-oxydation) pour former de l'acétylco-A, étape préalable à la respiration pour aboutir à la formation de CO₂, d'eau et d'énergie nécessaire à la multiplication cellulaire. Ces réactions sont aérobies et nécessitent un apport d'oxygène [1].

I. 7. 5. Traitement biologique anaérobie :

La méthanisation, ou digestion anaérobie, peut être définie comme étant le processus naturel de dégradation de la matière organique par des microorganismes dans des conditions d'anaérobiose [6].

Ce phénomène se déroule selon 4 étapes biochimiques du fait de l'activité des microorganismes qui fonctionnent en syntrophie et se traduit par la formation de biogaz.

Ces microorganismes vivent selon des conditions anaérobies « strictes » ou « facultatives » et jouent un rôle précis dans le processus de méthanisation dont les 4 étapes principales sont présentées ci-dessous:

- l'hydrolyse qui se déroule au début de la fermentation et fait appel à des exoenzymes ;
- l'acidogénèse durant laquelle sont formés les acides gras volatils mais aussi du CO₂ et H₂, utilisés par les micro-organismes et lors de la production de méthane :

$$\text{CO}_2 + 4 \text{H}_2 \longrightarrow \text{CH}_4 + 2 \text{H}_2\text{O} \text{ avec une enthalpie de réaction de } \Delta H = -567 \text{ kJ.mol}^{-1};$$
- l'acétogénèse durant laquelle se forme l'acétate, substrat permettant la synthèse de méthane ;
- la méthanogénèse est assurée par les bactéries méthanogènes, qui ne peuvent utiliser qu'un nombre restreint de composés carbonés, dont l'acétate (responsable de 70% de la production de méthane) : $\text{CH}_3\text{COOH} \longrightarrow \text{CH}_4 + \text{CO}_2 \quad \Delta H = -130 \text{ kJ.mol}^{-1}$.

Il existe une autre réaction biochimique importante qui rentre en concurrence avec la production de méthane du fait de la consommation d'H₂. Il s'agit de la sulfatoréduction dont les produits terminaux essentiels sont l'ion sulfure S²⁻ ou le sulfure d'hydrogène (H₂S) et l'eau [6].

Les matières grasses sont méthanisables et sont entièrement dégradées par le processus. Elles ne produisent que du biogaz et de l'eau. Cette dégradation ne demande pas d'énergie comme les autres technologies de destruction des graisses, mais au contraire elle produit une énergie renouvelable (le biogaz) qui peut ensuite être valorisé par cogénération en électricité et chaleur. Un autre avantage de la méthanisation est qu'elle dégrade toutes les graisses qu'elles soient solides, liquides, ou pâteuses, et quelque soient la concentration et le taux de matière sèche [4].

I. 7. 5. 1. Paramètres qui influent sur le traitement biologique anaérobie :

Le processus de méthanisation est complexe et peut être influencé par plusieurs facteurs comme le pH, température, la présence d'oxygène, l'apporte en nutriment [7].

I. 7. 5. 1. 1. Oxygène :

Les bactéries méthanogènes dépendent d'un environnement dépourvu d'oxygène. La plupart des espèces ne résistent pas à la présence d'oxygène. D'une manière générale, toutefois, il est impossible d'empêcher totalement l'introduction d'oxygène dans le digesteur [7].

I. 7. 5. 1. 2. Température :

La température optimale des microorganismes intervenant dans les processus métaboliques n'est pas la même pour tous. Lorsque la température est supérieure ou inférieure à leur plage optimale de température, les microorganismes concernés peuvent être inhibés, voire, dans les cas extrêmes, irrémédiablement dégradés [7].

Les microorganismes intervenant dans la décomposition peuvent être divisés en trois groupes selon leurs températures optimales. Une distinction est ainsi faite entre les microorganismes psychrophiles, mésophiles et thermophiles. Les conditions optimales des microorganismes psychrophiles correspondent à des températures inférieures à 25 °C [7].

Pour la majorité des bactéries productrices de méthane connues, les conditions optimales de croissance sont réunies lorsque la plage de température mésophile se situe entre 37 °C et 42°C [7].

Lorsqu'il est prévu de détruire des germes nocifs par hygiénisation du substrat ou lorsqu'on utilise, comme substrats, des sous-produits ou des déchets dont la température intrinsèque est élevée (eau de traitement, par exemple), les cultures thermophiles constituent un bon choix pour le processus de digestion. Leurs conditions optimales se situent entre 50 °C et 60 °C. La température élevée du processus accélère la décomposition et réduit la viscosité. Il faut toutefois tenir compte du fait qu'il peut être nécessaire d'utiliser plus d'énergie pour chauffer le processus de fermentation [7].

I. 7. 5. 1. 3. Valeur du pH :

La situation en ce qui concerne la valeur du pH est similaire à celle qui concerne la température. Les microorganismes intervenant dans les divers stades de décomposition ont besoin de valeurs de pH différentes pour une croissance optimale, un pH de 6,5 à 8 est absolument indispensable pour les bactéries qui produisent de l'acide acétique et pour les bactéries méthanogènes [7].

I. 7. 5. 1.4. Apport en nutriment :

Les microorganismes participant à la dégradation anaérobie ont des besoins propres à chaque espèce en termes de macronutriments, de micronutriments et de vitamines. La concentration et la disponibilité de ces nutriments ont une incidence sur le taux de croissance et sur l'activité des diverses populations. Il existe des concentrations minimales et maximales propres à chaque espèce et il est difficile de les définir compte tenu de la diversité des différentes cultures et de leur adaptabilité, qui est parfois considérable. Pour tirer le plus possible de méthane des substrats, il faut assurer un apport optimal de nutriments aux microorganismes [7].

I. 7. 5. 1. 5. Les inhibiteurs :

La production de gaz peut être inhibée pour diverses raisons. Il peut s'agir de causes techniques affectant le fonctionnement du réacteur. Des substances appelées inhibiteurs peuvent également ralentir le processus. Il s'agit de substances qui, dans certaines circonstances, et même en petites quantités, ralentissent la vitesse de décomposition ou qui, dans le cas de concentrations toxiques, stoppent le processus de décomposition [7].

Il importe de faire une distinction entre les inhibiteurs qui entrent dans le digesteur grâce à l'addition de substrat et ceux qui sont des produits intermédiaires résultant des différentes étapes de décomposition [7].

Lorsqu'on considère la façon dont un digesteur est alimentée, il faut garder à l'esprit que l'ajout d'une quantité excessive de substrat peut également inhiber le processus de digestion car tout constituant du substrat peut avoir un effet nocif sur les bactéries si sa concentration est trop forte. Cela est particulièrement vrai pour les substances telles que les antibiotiques, les désinfectants, les solvants, les herbicides, les sels et les métaux lourds qui, même en petites quantités, peuvent inhiber le processus de décompositions. Comme les microorganismes peuvent, dans une certaine mesure, s'adapter à ces substances, il est difficile de déterminer la concentration à partir de laquelle la substance devient nocive [7].

I. 8. Procédés de valorisation :

I. 8. 1. Saponification :

Le savon est une substance qui résulte d'une réaction chimique dite de saponification, la transformation chimique au cours de laquelle un corps gras réagit avec une base qui est généralement de la soude ou de la potasse. C'est un mélange :

- De stéarate (acide contenu dans les graisses animales: mouton ou bœuf),
- D'oléate (huile végétale: faite à partir de triglycéride),
- De soude ou de potasse, ou seulement d'un oléate.

Le terme alcali décrit une substance qui est chimiquement une base qui réagit et neutralise les acides. Les alcalis les plus courants sont l'hydroxyde de sodium et l'hydroxyde de potassium.

Lors de la saponification, des corps gras (graisses ou huiles) sont hydrolysés en milieu alcalin par une base, à une température comprise entre 80 et 100°C. Produisant du glycérol et un mélange carboxylates (de sodium ou de potassium) qui constituent le savon. Quand l'alcali est de l'hydroxyde de sodium, le savon est dur

Soit : **acide gras + NaOH** \longrightarrow **glycérine + savon dur**

Quand l'alcali est de l'hydroxyde de potassium le savon est plus mou, pâteux et parfois liquide

Soit : **acide gras + KOH** \longrightarrow **glycérine + savon mou.**

Le savon mou est plus énergétique que le savon dur et plus irritant pour la peau. Le savon mou de potasse a toujours existé, en parallèle au savon dur. Il était plutôt utilisé pour des applications professionnelles demandant à la fois une bonne détergence et une faible agressivité, pour l'industrie textile en particulier.

Le processus chimique qui aboutit au savon peut s'écrire ainsi :

Huile ou graisse + alcali \longrightarrow savon + glycérine



Partie

Expérimentale

Chapitre II

Matériels et méthodes

Afin de tester l'efficacité des procédés physico-chimiques et biologiques qui peuvent effectivement apporter une solution vis à vis de la problématique de la valorisation des déchets graisseux, notre travail va s'articuler de la façon suivante :

Dans un, premier temps il s'agira de soulever un problème qui se présente au niveau de l'ONA de Boghni qui est la séparation des matières grasses des déchets solides après déshuilage et dégrillage ensuite proposer un procédé de traitement et valorisation du déchet graisseux, pour cela nous avons opté pour une méthode de traitement qui est la digestion anaérobie pour produire du méthane.

Dans un second cas on va essayer de valoriser des huiles de fritures usagées récupérées d'un restaurant pour fabriquer un savon par une saponification.

Ces deux parties ont comme but de déterminer les conditions optimales permettant un meilleur traitement ainsi qu'une meilleure valorisation des déchets. L'efficacité de ces traitements sera estimée essentiellement par le suivi du meilleur rendement ainsi que l'abattement de la pollution.

L'objectif de ce chapitre est donc de présenter le matériel et les méthodes utilisés au cours de cette étude.

II. 1. Déchet de l'ONA :

II. 1. 1. Echantillonnage

Au niveau de l'ONA, l'élimination des graisses fait partie des toutes premières étapes de prétraitement. Ceci s'opère lors de l'étape dite dessablage-dégraissage-déshuilage. Leur faible densité et leur caractère hydrophobe font que les graisses flottent en surface. Le dégraisseur peut être aéré par de fines bulles qui accélèrent la montée en surface des particules lipidiques. Là, un racleur les évacue vers un bac de stockage. Dans ce dernier, il a été effectué des prélèvements d'un volume total de 50 litres des déchets graisseux, réparti dans des récipients de 20 litres.

II. 1.2. Prétraitement des déchets :

II. 1. 2. 1. Traitement manuel :

Avant le traitement physico-chimique ou biologique, un prétraitement manuel est nécessaire pour les déchets afin d'éliminer la majorité des déchets grossier (débris plastiques, emballages alimentaires, ...) grâce à l'utilisation de tamis (figure. II. 1) ce qui nous a permis de séparer la phase solide de la phase liquide, après séparation on passe à la pesée des déchets solides à l'aide d'une balance électronique.



Figure. II. 1. Techniques de prétraitement

II. 1.2. 2. Mélange et agitation

Pour avoir un déchet graisseux avec les mêmes caractéristiques, nous avons mélangé tous les récipients de 20 litres dans un jerrican en plastique et bien agité pour obtenir un échantillon représentatif.

II. 1.2. 3. Conservation :

Les prélèvements ont été conservés à une température adéquate en vue d'éviter toute activité biologique et pour éviter toute variation des caractéristiques des graisses.

II. 1.3. Caractérisation du rejet :

Avant d'entamer les essais de valorisation il est indispensable de déterminer certains paramètres pour caractériser l'effluent :

Tableau. II. 1. Quelques paramètres de caractérisation des déchets graisseux.

Paramètres	Principes	Normes
Température	Mesure directe avec thermomètre	-
pH	pH-mètre	NF T 90-008
Conductivité	conductimètre	NFT 90-008
MES	Filtration et séchage à 105°C	NF T 90-015
MVS	Calcination à 550°C	NF T 90-015
MM	Calcination à 550°C	NF T 90-015
DCO	Oxydation par le bichromate	ISO 6060-1989
DBO ₅	Avec un DBO mètre	
DBO ₅ /CO	-	-
MG	Extraction liquide-liquide	-
Densité	Mesurer avec un pycnomètre	-
Indice de saponification		-
Teneur en insaponifiable		-
Indice d'acidité		-

II. 1.4. Essais de traitement

II. 1. 4. 1. Réactifs

- Hydroxyde de sodium (NaOH).
- Boue activée.
- Déchets graisseux.

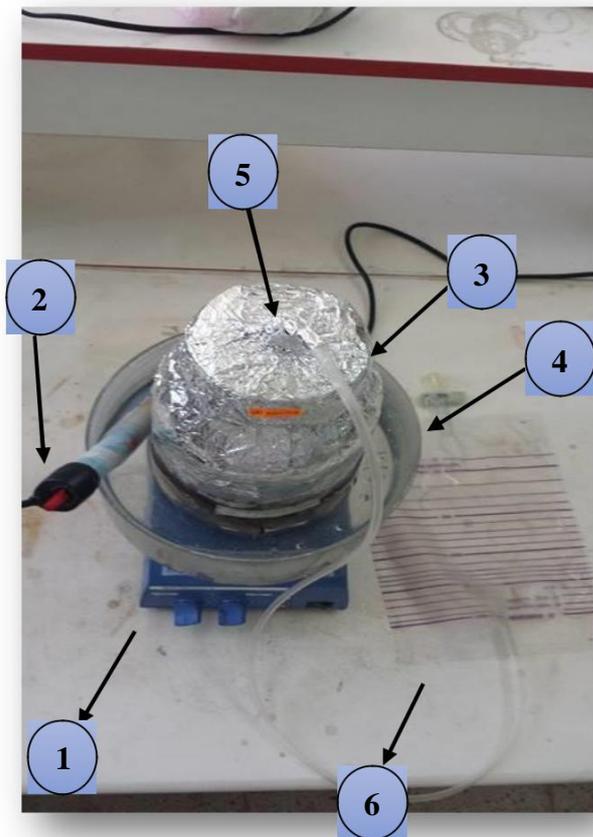
II. 1. 4. 2. Appareillage

- pH-mètre ;
- CPG ;
- Verrerie courante de laboratoire ;
- Multi analyseur de gaz.

II.1. 4. 3. Mode opératoire :

Une quantité de déchets, est mise dans le réacteur de 3L et complétée avec la boue. Le dispositif fonctionne en anaérobie à une température de 37°C sous une agitation modérée pour homogénéiser le milieu.

A la fin de l'expérimentation on détermine la quantité de CH₄ et CO₂ pour chaque réacteur ainsi que l'abattement de DCO.



1. Plaque d'agitation ;
2. Résistance ;
3. Réacteur ;
4. Bain marie ;
5. Trou d'échappement du gaz ;
6. Pochette du stockage du gaz.

Figure. II.2. Dispositif expérimental pour le traitement anaérobie.

II.1. 5. Traitement complémentaire :

Dans cette étape nous allons essayer de traiter le surnageant récupéré du traitement biologique anaérobie. Pour cela, une quantité de boue est mise dans un réacteur de 3L complétée avec quantité du surnageant, le dispositif fonctionne en aérobie sous une agitation modérée pour homogénéiser le milieu (**figure. II. 3**).



1. Plaque d'agitation;
2. Diffuseur d'air ;
3. Réacteur ;

Figure. II. 3. Dispositif expérimental pour le traitement aérobie.

II.2. Huile de friture usagée :

II.2. 1. Essai de valorisation :

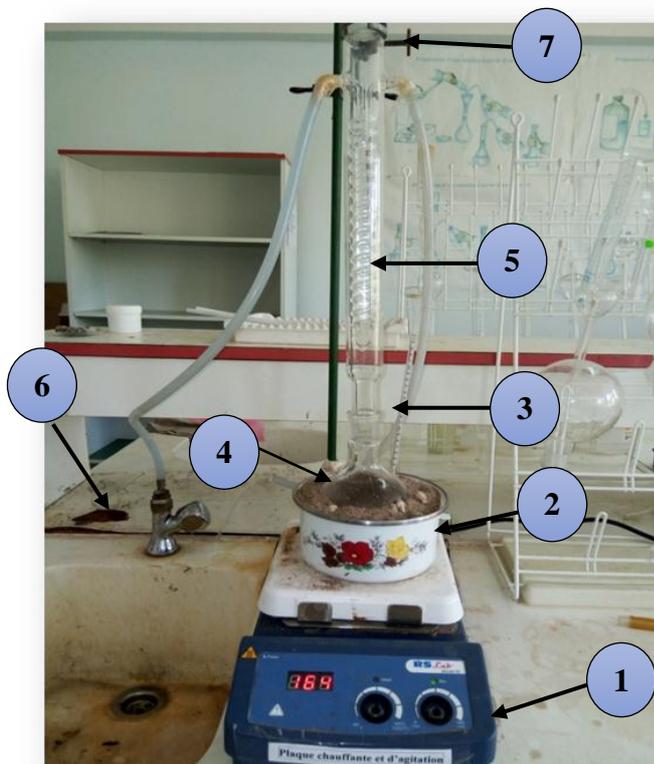
II. 2. 1. 1. Réactifs :

- Hydroxyde de sodium (NaOH) ou l'hydroxyde de potassium (KOH)
- Méthanol (CH₃-OH)
- Chlorure de sodium (NaCl)
- Huiles de friture usagée
- Pierre ponce

II. 2. 1. 2. Mode opératoire :

On introduit avec beaucoup de précaution une quantité bien définie d'hydroxyde de potassium (KOH) dissoute dans un ballon de 250ml contenant quelque grain de pierre ponce, on ajoute un volume de méthanol à 95°, bien agiter le mélange. Enfin on inclut l'huile et on réalise un montage à reflux (**Figure II.4**) On chauffe pendant une heure à 100°, après le

chauffage on verse le contenu du ballon dans un bécher contenant une solution saturée de chlorure de sodium (NaCl), puis on filtre.



- 1-Plaque chauffante ;
- 2-Bain de sable ;
- 3-Thermomètre ;
- 4- Ballon ;
- 5-Réfrigérant ;
- 6- Entrée d'eau ;
- 7-Sortie d'eau.

Figure. II. 4.Dispositif expérimental de saponification.

Chapitre III

Résultats et discussions

Les échantillons de la station d'épuration de l'ONA ainsi que les huiles de fritures se composent de nombreux contaminants organiques et minéraux souvent très toxiques. Leurs compositions varient ainsi en fonction de la nature du rejet, la technique d'exploitation et les conditions climatiques. Nous prévoyons dans ce chapitre, de caractériser ces deux rejets graisseux à travers la détermination des paramètres globaux (pH, température, conductivité, MES, MVS, DCO, indice de saponification et matières grasses) et de traiter le 1^{er} rejet par une digestion anaérobie, ensuite valoriser le 2^{ème} déchet par une saponification.

III.1. Déchet de l'ONA :

III.1. 1. Caractérisation des rejets

Afin de caractériser nos déchets on a effectué plusieurs analyses, les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau III. 1 : Teneur moyennes et limites des paramètres caractérisant le rejet.

Paramètres	Déchets graisseux	Limites
Date de prélèvement	06 mars 2017	-
Quantité (L)	50	-
Odeur	Désagréable	-
Couleur	Noire	-
T (°C)	24,6	30
pH	7,13	6,5 – 8,5
Conductivité	3,84	2
MES (mg/L)	53510	35
MVS (mg/L)	37410	-
MM (mg/L)	16100	-
DCO (mg O ₂ /L)	25777,74	120
DBO ₅ (mg O ₂ /L)	6980	
DBO ₅ /DCO	0,3	
Lipides totaux (mg/L)	288990	30
Déchets solide (Kg)	1,973	-
Densité	0,964	-
Indice de saponification	19,6	-
Teneur en insaponifiable(%)	60,272	-

III. 1. 1. 1. Interprétation des paramètres :

❖ L'odeur :

On remarque que le rejet a une odeur désagréable. Toute odeur est signe de pollution qui est dû à la présence de matière organique en décomposition.

❖ La couleur :

Le déchet est de couleur noire, cela signifie qu'il y a présence de plusieurs substances très polluantes et difficiles à éliminer.

❖ La température :

En général, l'eau doit être évacuée vers l'environnement à des températures inférieures à 30°C. Une eau plus chaude constitue une pollution. La température initiale du déchet est de 24,6°C ce qui est inférieur à la norme.

❖ Le pH :

Le pH du rejet a un caractère neutre cela s'explique par le fait qu'il n'y a pas encore de libération des acides gras libre par le rejet.

❖ La conductivité :

La valeur de la conductivité retrouvée au cours de notre analyse est égale à 3,84mS/cm. Ceci montre que l'échantillon traité est riche en substances minérales et en sels dissous.

❖ Les matières en suspension (MES) :

La valeur initial des MES est de 53510mg/L c'est une valeur qui est largement supérieure à la norme de rejet cela est dû à la richesse du rejet en colloïdes minérales et organiques.

❖ Les matières volatiles sèches (MVS) :

Elles représentent la fraction organique des MES et sont obtenues par calcination de ces MES à 550°C pendant 2 heures. La différence de poids entre les MES à 105°C et les MES à 550°C donne la perte au feu et correspond à la teneur en MVS.

D'après les résultats on voit que les déchets sont riches en matières organiques.

❖ **Demande chimique en oxygène (DCO) :**

La valeur de la DCO initiale de notre rejet est de l'ordre de 25777,74 mgO₂/L ce qui indique la richesse de ce dernier en matières oxydables celle-ci est supérieure à la norme de rejet (120 mgO₂/L).

❖ **DBO₅ :**

La valeur élevée de la DBO₅ confirme la présence de substances organique, et la richesse des déchets en matières biodégradables.

❖ **Rapport DBO₅/DCO :**

La valeur du rapport est de 0,3 ce qui fait que les déchets sont classés comme moyennement biodégradable, et la possibilité d'un traitement biologique est envisageable.

❖ **Lipides totaux :**

Le taux initial de la matière grasse est de 288990 mg/L cela montre que notre rejet est très chargé en lipides, cette concentration est largement supérieure à la norme de rejet dans le milieu naturel (35mg/L).

Les graisses récupérées au niveau des dégraisseurs proviennent des eaux résiduaires (ménagères et vannes) ou d'origine non domestique les principales industries responsables de ces rejets sont issues de la restauration et de l'activité de boucherie.

❖ **La densité :**

La faible densité des huiles s'explique par leur fraction organique qui est élevée, et leur effet hydrophobe font d'elles qu'elles flottent sur l'eau.

❖ **Indice de saponification :**

L'indice de saponification est la quantité de potasse exprimé en mg nécessaire pour transformer en savons les acides gras contenus dans 1g de corps gras.

L'indice de saponification du déchet gras est de 19,6 cela représente une très faible valeur comparant aux autres corps gras ceci s'explique par les réactions d'hydrolyse et d'oxydation que le déchet a subi avant d'être prélevé, et aussi par la présence d'autres éléments qui s'ont insaponifiables.

❖ **Teneur en insaponifiable :**

La valeur élevée de la teneur en insaponifiable confirme les valeurs de l'indice de saponification, et la présence de composés insaponifiables dans le déchet.

III. 1. 2. Traitement anaérobie :

Rappelons que l'objectif de notre étude est de traiter un déchet graisseux fortement chargé par une digestion anaérobie.

Le traitement anaérobie permet de traiter les effluents graisseux avec une boue activée, des populations microbiennes anaérobies vont se développer sur le substrat organique en l'absence d'oxygène.

Notre traitement comporte 3 phases :

- La 1^{ère} consiste à la saponification de l'effluent.
- La deuxième phase les graisses saponifiées sont mises au contact avec les boues activées, en les laissant sous une agitation modérée.
- Et enfin suivre l'évolution de la réaction.

Plusieurs paramètres tels que le pH, taux de MVS...peuvent influencer sur le traitement, on va essayer de déterminer l'influence de ces facteurs sur l'efficacité de l'élimination des graisses ainsi que la qualité du biogaz obtenu.

Une fois les paramètres optimisés nous allons essayer d'utiliser une boue adaptée pour comparer la durée du traitement.

III. 1. 2. 1. Phase de saponification :

Un des problèmes causés par les graisses reste leurs insolubilités dans l'eau. En effet cela empêche le contact avec la boue ce qui rend leurs dégradations impossible.

Pour résoudre ce problème, il est proposé un procédé de traitement de déchets graisseux qui consiste à lui ajouter une base jusqu'à l'obtention d'une solution aqueuse de graisses saponifiées présentant un pH alcalin. De ce fait, les problèmes de contact avec la boue seront résolus : une agitation modérée permet d'assurer le contact.

III. 1. 2. 1. 1. Influence de la saponification sur la DCO initiale :

Les résultats obtenus (figure. III.1) montrent que la DCO augmente de manière continue et proportionnelle sous l'effet du pH. Les valeurs de DCO obtenues sont plus élevées par rapport à la DCO initiale. Cela est dû au fait que cette étape a abouti à la formation de molécules oxydables (sel d'acide gras) et solubles dans l'eau.

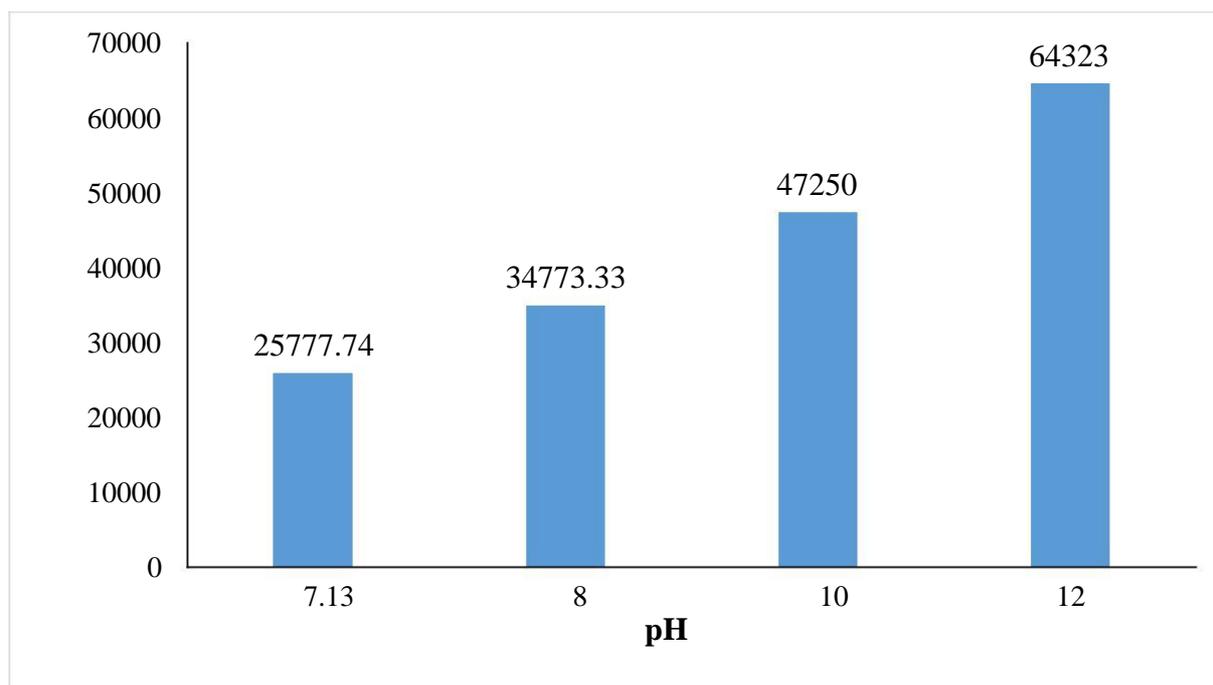


Figure. III.1. Variation de la DCO en fonction des différentes valeurs de pH de saponification.

III. 1. 2. 2. Essai de traitement en milieu anaérobie :

Pour le 1^{er} essai on a essayé de traiter dans un réacteur de 3L, 500ml de déchets gras avec 1,5L de boue activée à différentes concentrations MVS.

III. 1. 2. 2. 1. Influence des taux de MVS sur le traitement biologique :

Dans le but d'étudier l'influence des taux de MVS sur le traitement biologique, une série d'expérience a été effectuée en fixant le pH à 8 et en variant le taux de MVS.

Pour la 1^{ère} série on a lancé dans un réacteur de 3litres, 3 essais avec 0,5L de déchets et 1,5L de boue à différents taux de MVS, après 21 jours de traitement les résultats de l'abattement de la DCO, sont représentés dans la figure suivante :

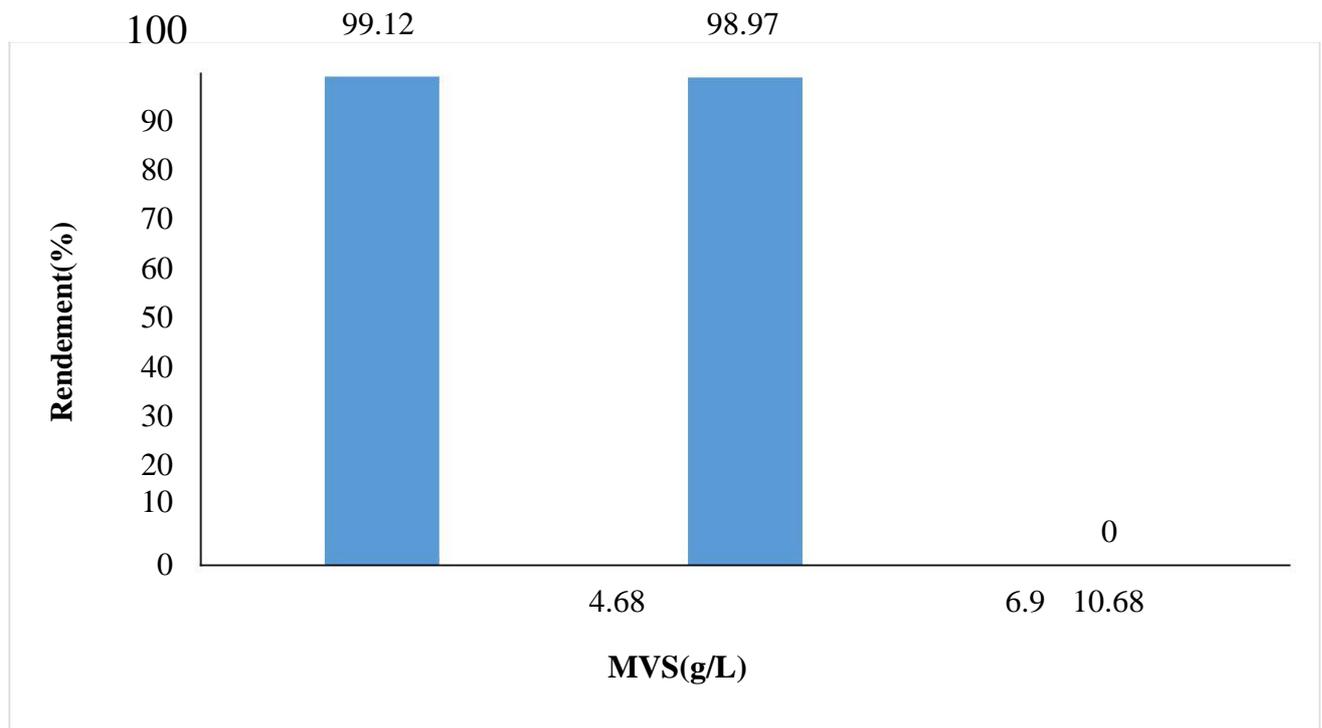


Figure. III.2. Variation du taux d'abattement de la DCO en fonction du taux de MVS.

Les résultats obtenus au cours de cette étude ont montré que le traitement biologique anaérobie est efficace pour des taux de MVS légèrement faible (les meilleurs taux d'abattement de la DCO sont obtenus pour un taux de MVS de 4,68g/L). Cela est dû au fait que le déchet été trop concentré en graisse après saponification il devient soluble dans l'eau et comme avec des taux de MVS faible y a eu une dilution, et de ce fait leurs dégradation a été plus facile.

On remarque qu'il n'y a pas eu de traitement pour l'échantillon 3, cela est dû à la concentration de la boue en MES et absence de la phase liquide qui permet la dilution des déchets gras.

Cependant, malgré les taux élevés d'abattements de la DCO obtenus qui sont de 305,33mg d'O₂/L et 358mg d'O₂/L pour les taux de MVS de 4,68 et 6,9 g/L respectivement, cependant, la valeur finale des DCO obtenus reste supérieure aux normes de rejet dans le milieu récepteur qui est de 120 mg d'O₂/L.

III.1. 2. 2. 2. Analyse du biogaz



Analyse qualitative

A la fin de la réaction l'analyse du biogaz est indispensable, généralement la digestion anaérobie dégage du CO₂ et du CH₄, dans notre cas on va essayer d'étudier l'influence des taux de MVS sur la concentration en méthane, les résultats de l'analyse du biogaz par la CPG sont donnés dans les figures suivantes :

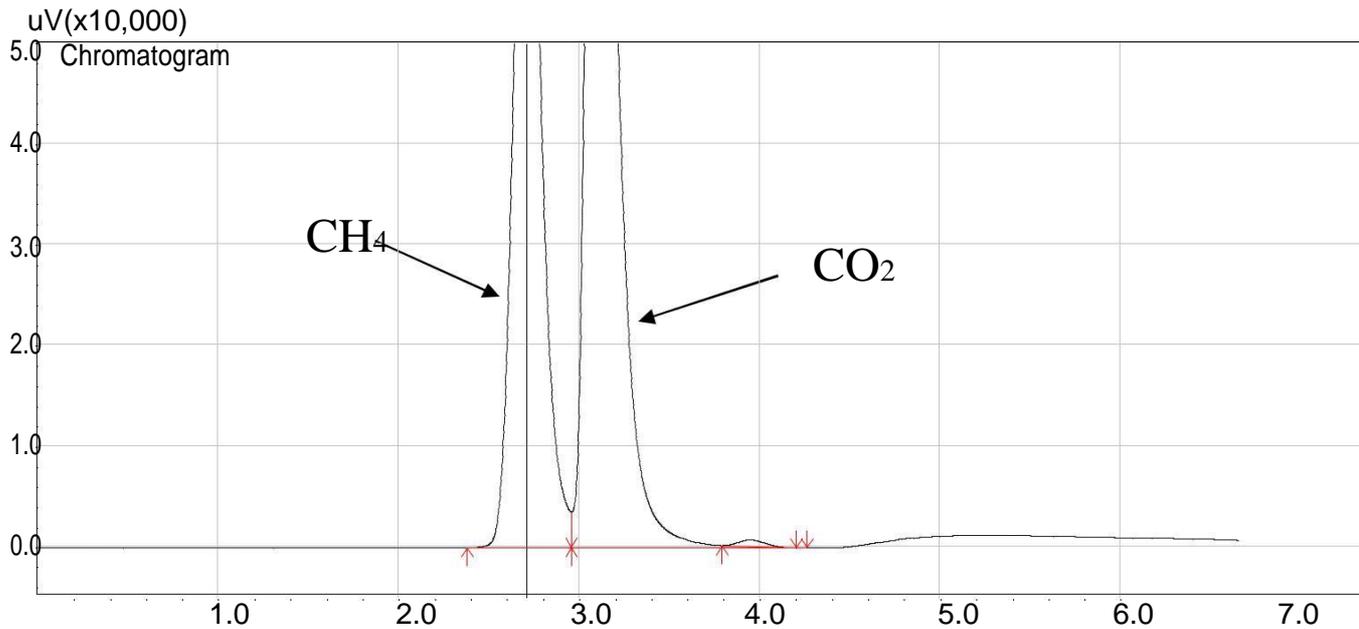


Figure. III. 3. Analyse du biogaz avec la CPG pour le 1^{er} échantillon.

Pour rappel la chromatographie est une méthode physique de séparation, basée sur les différences d'affinité des constituants dans l'échantillon.

D'après les résultats des figures III.3 et III.4 on voit clairement que les pics sont bien séparés, en comparant les temps de rétention on déduit que les deux pics 1 et 2 représentent du CH₄ et CO₂ respectivement.

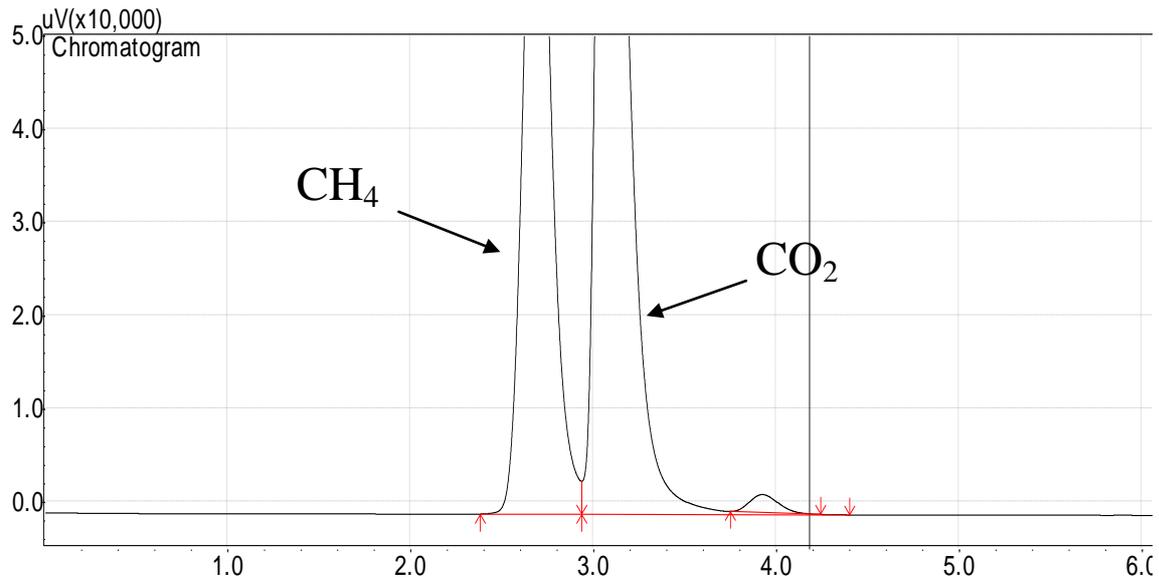


Figure. III. 4. Spectre CPG du biogaz pour le 2^{eme} échantillon.

Analyse quantitative

Pour toutes analyses quantitatives utilisées en chromatographie on utilise les aires des pics donnés par l'appareil.

Dans notre cas on a le coefficient de réponse absolue est identique pour les composés, du coup le pourcentage massique peut être calculé par la relation suivante :

$$X(\%) = 100 \frac{A_i}{\sum A_i} = 100 \frac{m_i}{\sum m_i}$$

Les pourcentages massiques du CH₄ et CO₂ pour les deux échantillons sont représentés dans la figure suivante :

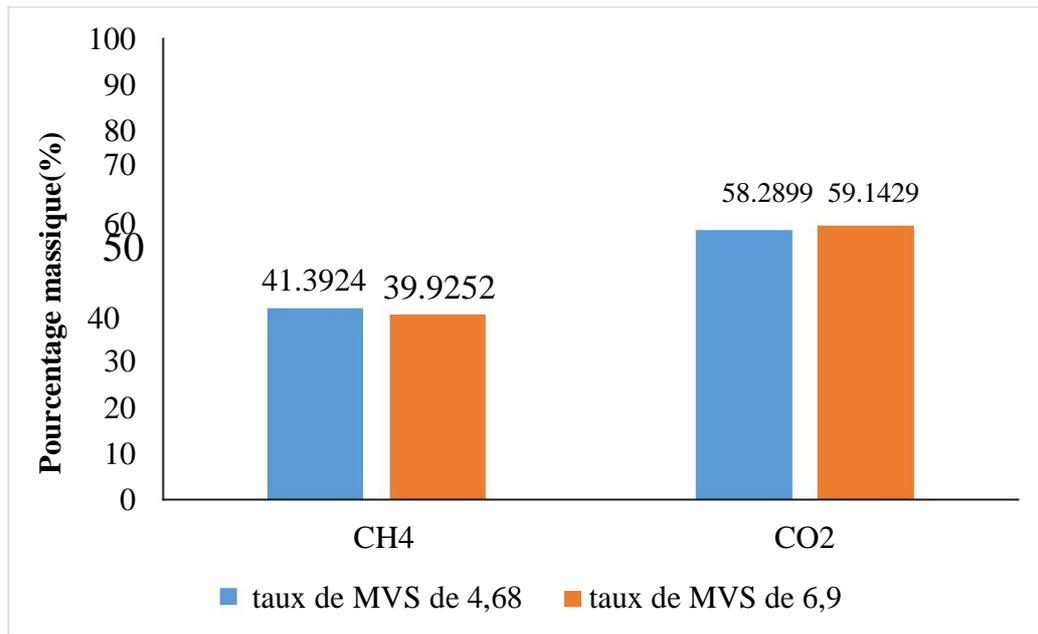


Figure. III. 5. Pourcentage massique du CH₄ et CO₂ dans les deux échantillons.

La digestion anaérobie dégage principalement du CO₂ et CH₄, les résultats obtenus dans la Figure. III. 5, nous montrent que le pourcentage massique du CH₄ est plus élevé dans l'échantillon 1 (avec le taux de MVS de 4,68g/L), ceci s'explique par la variation proportionnelle de la DCO.

Cependant malgré la concentration en méthane dans les deux biogaz est assez importante, mais la concentration du CO₂ reste la plus élevée, cela peut s'expliquer par la présence d'oxygène dissout dans le réacteur (1L d'air) ce qui favorise le traitement aérobie, et ce dernier dégage principalement du dioxyde de carbone et la vapeur d'eau.

Après la consommation total de l'oxygène présent dans le réacteur, le traitement change et devient anaérobie, d'où la présence du méthane dans le biogaz.

Pour remédier au dégagement important du dioxyde de carbone, nous avons pensé enlever le volume d'air présent dans le réacteur, ce qui fera l'objet de la suite de notre travail.

III. 1. 2. 3. Traitement biologique en milieu totalement anaérobie :

Dans ce second essai on a gardé le réacteur de 3L, et le même pH (saponifié à 8), tout en variant le taux de MVS. Nous avons travaillé avec 3L de déchet + boue (0,5L de déchet et 2,5L de boue) avec des différentes concentrations en MVS.

III. 1. 2. 3. 1. Influence des taux de MVS sur le traitement anaérobie :

Après 40 jours de traitement les résultats de l'abattement de la DCO en fonction des taux de MVS sont représentés sur la figure suivante :

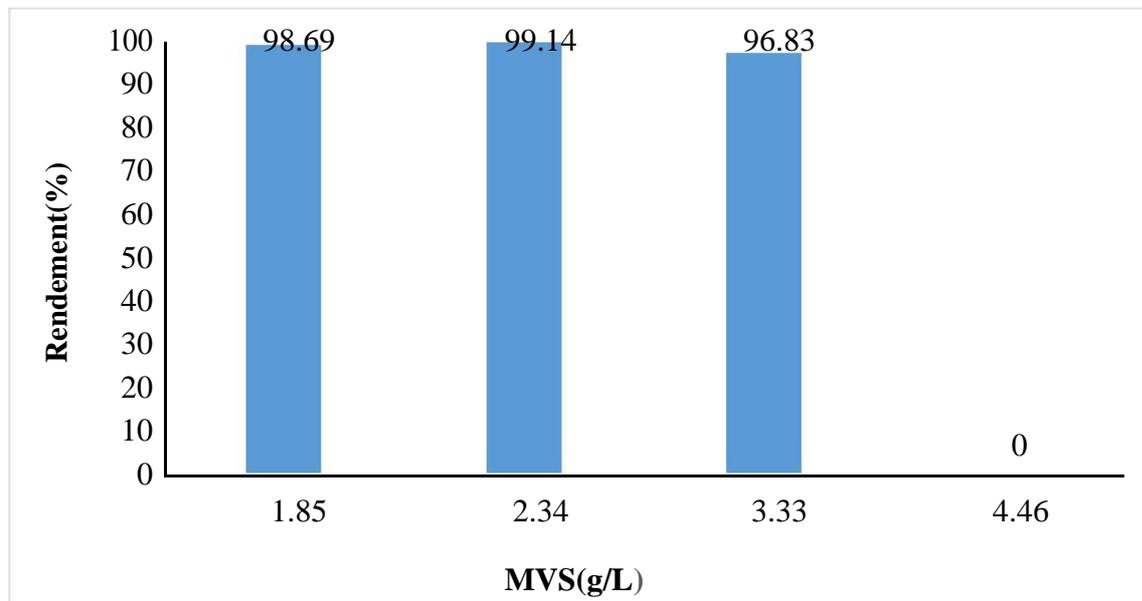


Figure. III. 6. Variation du taux d'abattement de la DCO en fonction du taux de MVS.

Les résultats obtenus au cours de cette expérience ont montré qu'il y a eu un abattement important de la DCO (455,83 et 298 mg d'O₂/L) pour des taux de MVS légèrement faibles (1,85 et 2,34 g/L). Ceci est dû à la solubilisation du déchet dans l'eau et ce qui facilite leur dégradation.

D'après la Figure. III. 6, on remarque un meilleur abattement de la DCO pour un taux de MVS de 2,34g/L, en comparaison à 1,85g/L, ce dernier ne contient pas suffisamment de boue pour dégrader autant de déchets que pour le taux de MVS de 2,34g/L.

On remarque pour le taux de MVS de 4,46g/L que le traitement n'a pas été effectué, cela est dû à la forte concentration de la boue et au faible volume d'eau présent dans cette dernière.

Remarque: Nous avons effectué des essais avec un pH de 10 et 12 et même avec un pH sans saponification, nous n'avons abouti à aucun résultat. Pour le pH 10 et 12, ceci peut être expliqué par le fait que les bactéries se développent le plus souvent dans des milieux neutres ou légèrement alcalins (leur gamme de croissance est comprise entre 5 et 9). Par contre pour

le pH sans saponification comme on sait déjà que les graisses ne sont pas solubles dans l'eau et ce qui empêche leurs contacts avec la boue.

III. 1. 2. 3. 2. Analyse du biogaz issue du traitement

Nous avons analysé l'échantillon 2 avec la CPG le spectre obtenu est représenté sur Figure. III. 7. Par contre les échantillons 1 et 3 ont été analysés avec un multi-analyseur de gaz en raison du faible volume du biogaz obtenu.

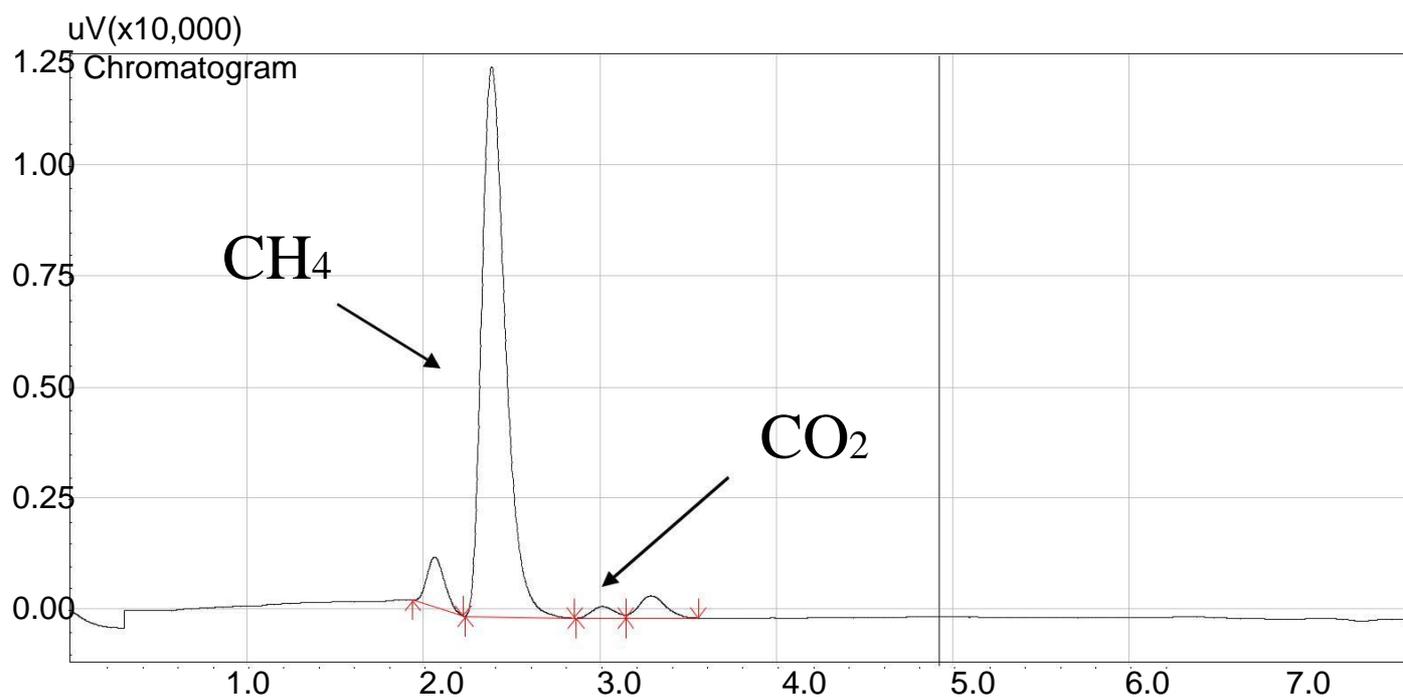


Figure. III. 7. Spectre CPG du biogaz pour le 2^{ème} échantillon.

On remarque sur la Figure. III. 7, une bonne séparation des pics. Le pourcentage du CH₄ pour les 3 échantillons est représenté dans la Figure. III. 8.

Généralement, la qualité d'un biogaz est dictée par la quantité du méthane dans ce dernier. Dans la Figure. III. 8, on remarque que le pourcentage du méthane dans le biogaz est majoritaire (87,8055%) dans l'échantillon 2.

Les résultats obtenus sont en cohérence avec l'abattement de la DCO. En effet, plus la quantité du méthane obtenue est grande plus la dégradation du déchet est importante.

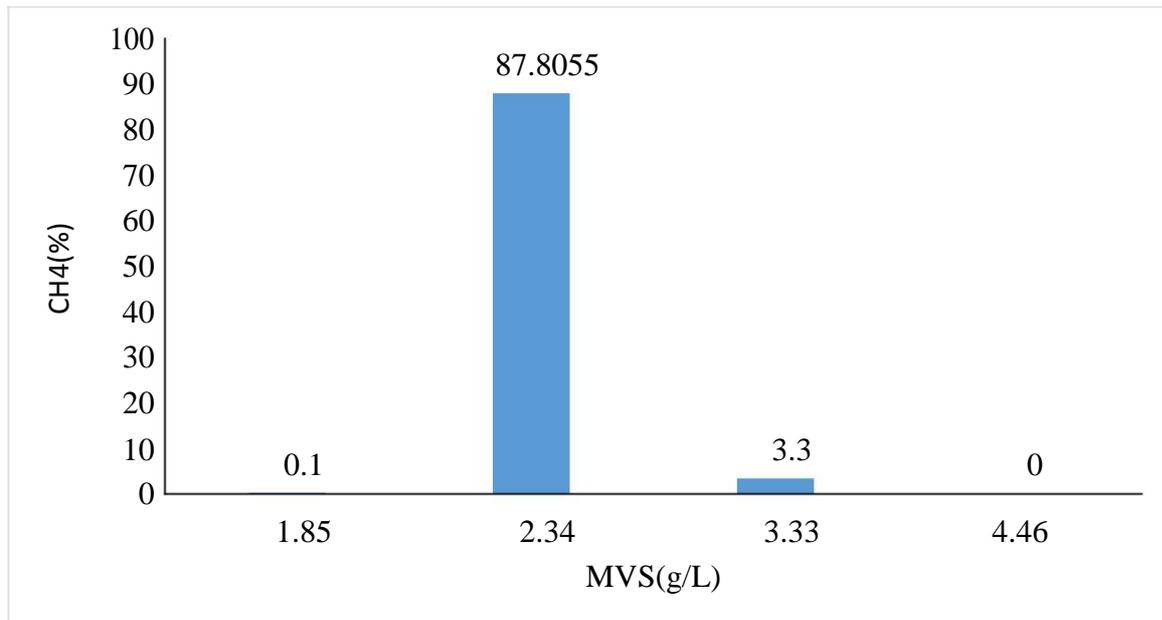


Figure. III. 8. Pourcentage du CH₄ dans les 3 échantillons.

III. 1. 2. 4. Traitement avec une boue adaptée :

L'utilisation d'une boue adaptée va nous permettre de valoriser la boue récupérée du traitement anaérobie précédent (échantillon 2), et aussi de réduire la durée de traitement.

Le problème rencontré c'est que le traitement biologique anaérobie ne génère pas une quantité suffisante de boue, et de ce fait nous avons procédé à un mélange de boue adaptée avec une boue activée ordinaire.

Les résultats de l'abattement de la DCO et le taux de la matière grasse après traitement sont donnés dans la Figure. III. 9.

Après 26 jours de traitement, on a eu un abattement de la DCO de 98,85% et 100% pour la matière grasse (Figure. III. 7), les résultats obtenus montrent une nouvelle fois l'efficacité du traitement anaérobie sur les déchets gras mais cette fois avec un temps réduit (26 jours au lieu de 40 jours), cela est dû à la présence des bactéries déjà adaptées pour le traitement anaérobie dans la boue qu'on a utilisée. En effet l'adaptation de micro-organismes à divers types de substrats a permis une dégradation plus rapide du polluant.

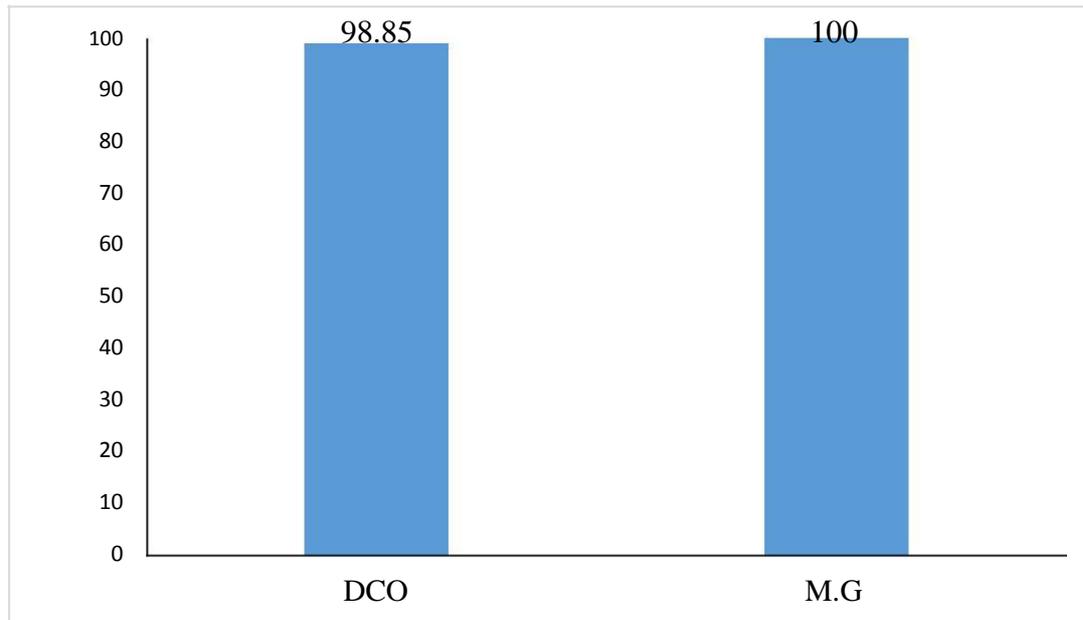


Figure. III. 9. Abattement de la DCO et la M.G avec l'utilisation d'une boue adaptée.

III. 1. 2. 4.1. Traitement complémentaire :

Malgré l'efficacité du traitement biologique anaérobie, nous avons obtenus une DCO de 401,33mg d'O₂/L mais la norme de rejets dans le milieu naturel n'est toujours pas atteinte (120mg d'O₂/L), Pour arriver à la norme de rejet on a proposé un traitement complémentaire qui est le traitement biologique aérobie.

Les résultats de l'analyse après traitement aérobie sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau. III. 2. Résultats finaux obtenus après traitement aérobie.

Paramètres	Valeurs après traitement	Limites
Couleur	Transparente	-
Odeur	Sans	-
pH	8,07	6,5-8,5
DCO (mg d'O ₂ /L)	103,5	120
Lipides totaux (mg/L)	0	30



Figure. III. 10. Surnageant issue du traitement biologique aérobie.

À partir des résultats présentés dans le **tableau. III. 2** et la **figure. III. 10**, nous pouvons constater que les normes de rejet sont respectées pour le surnageant.

III. 2. Huile de friture usagée III.

2. 1. Caractéristique du rejet

Avant de faire la saponification des huiles de friture, il est nécessaire de calculer certains indices. Ces derniers sont projetés dans le tableau ci-dessous.

Tableau. III. 3. Caractéristique des huiles de fritures nécessaire pour la saponification.

Paramètres	résultats
Date du prélèvement	21/05/2017
Quantités (L)	2
Indice de saponification (mg KOH/1g de déchet)	178
Indice d'acidité (mgKOH/1g de déchet)	0,5

III. 2. 1. 1. Interprétation des résultats



Indice de saponification

L'indice de saponification de l'huile de tournesol est généralement compris entre 188-194, dans notre cas y a une légère diminution qui est dû à la réaction d'oxydation des huiles pendant leurs utilisations, mais n'empêche que c'est une valeur satisfaisante pour la fabrication d'un savon.



Indice d'acidité

L'indice d'acide d'un lipide est la masse du (KOH), exprimée en milligrammes, nécessaire pour neutraliser l'acidité libre contenue dans un gramme de corps gras, la valeur élevée de l'indice d'acidité s'explique la libération des acides gras libres par l'huile de friture pendant leur stockage.

III. 2. 2. Essais de valorisation :

III. 2. 2. 1. Fabrication d'un savon dur :

On rappelle que l'objectif de ce chapitre est de valoriser un déchet graisseux (huile de restaurants usagée). Ce dernier a des effets néfastes pour l'environnement, pour cela on a opté pour la méthode de saponification.

Pour le processus de fabrication des savons dur on procède avec la saponification à chaud qui se compose de 3 étapes :

- Mélanger une quantité de graisse bien précise, avec une quantité de (mesurer avec l'indice de saponification).
- Ajouter un volume de 20ml l'éthanol ou méthanol qui sert comme solvant, ensuite le placer dans un montage à reflux et laisser chauffer pendant 1H.
- Et finalement on récupère la solution savonneuse et on lui ajoute une solution saturée de NaCl, pour permettre à cette dernière de se précipiter et former un savon, puis on filtre.

Les composés formés sont le savon dur et le glycérol qui peut être utilisés dans l'usage pharmaceutique.

III. 2. 2. 2. Fabrication d'un savon moue

On suit les mêmes étapes qu'avec le savon dur tout en remplaçant l'hydroxyde de sodium par l'hydroxyde de potassium et en changeant la quantité de la base utilisée. A la fin de la réaction on voit clairement le précipité former est un savon plus moue que le précédent.



Figure. III. 11. Différents savon obtenu après saponification.

III. 2. 2. 3. Savon liquide

On dissout un volume de savon moue (30ml) dans 70 ml d'eau distillée. On laisse dissoudre 1h et on mélange bien, la figure (**Figure. III. 12**) montre que le savon a de bonnes propriétés moussantes.

Un savon qui mousse beaucoup sur les mains ou le corps a une meilleure image commerciale que celui qui ne le fait pas, bien que leur pouvoir lavant ne soit pas lié à leur apparence.

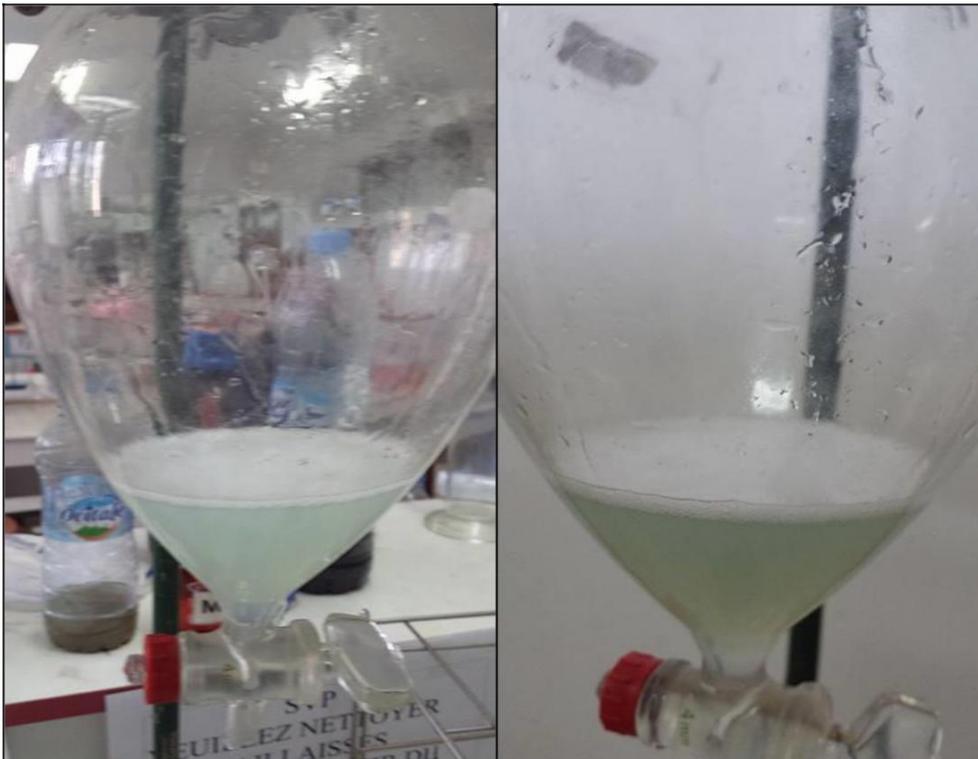


Figure. III. 12. Propriétés moussantes du savon liquide

A partir des figures Figure. III. 11 et III. 12, on voit qu'avec un déchet indésirable nous avons pu réussir à fabriquer différents types de savon.

III. 2. 3. Teste du savon obtenu

A la fin de la réaction de saponification le teste des traces du savon est indispensable. Le changement de couleur observé après le test effectué (**figure. III. 12**), cela explique la présence du savon dans nos solutions.



Avec du KOH

Avec du NaOH

Figure. III. 13. Test de présence des traces du savon.

Conclusion générale

Conclusion générale

Durant la réalisation de notre mémoire de fin d'étude nous avons vu les problèmes engendrés par les graisses, dans le milieu naturel et dans une station d'épuration. En effet leurs richesses en matières organiques et graisses font d'elles un poison pour l'environnement.

Avec cette problématique, la sensibilisation générale de l'homme est nécessaire : la protection de l'environnement, c'est d'abord une conscience sociale, suivie d'une volonté politique et enfin d'une recherche pour remédier aux problèmes.

Dans ce travail nous avons commencé par la caractérisation du déchet graisseux issue de la station d'épuration de l'ONA de Boghni et l'huile de fritures usagée. Nous avons essayé de les traiter et de les valoriser.

Après analyse du déchet graisseux de l'ONA, la plupart des paramètres de pollution dépassent les normes de rejets dans le milieu naturel. La réduction de quantités des polluants s'avère nécessaire. Pour que cela puisse se faire nous avons eu recours à une combinaison des procédés de traitement (procédés biologique).

L'étude expérimentale que nous avons menée a pour objet de traiter le déchet graisseux de la station de l'épuration par une digestion anaérobie, et de valoriser les huiles de fritures usagées par saponification pour produire du savon.

A partir des résultats et discussions présentés ci-haut nous avons pu conclure :

- 1) Le traitement biologique anaérobie est efficace vis-à-vis l'élimination de la matière lipidique (les taux d'abattement de matière grasse sont de 100%). Ce dernier nous a donné un abattement de la demande chimique en oxygène important, des taux dépassant les 98 %, sous des conditions opératoires optimales (dans notre cas c'est pH légèrement alcalins, pH=8 et taux de MVS faible 2,34g/L).
- 2) Les graisses stockées dans des fausses à l'huile dans des stations d'épuration ne doivent plus être considérés comme des déchets ultimes, au contraire, c'est des produits valorisables, et on a vu que ça nous a permis de produire une énergie renouvelable biogaz riche en méthane (87% de méthane).
- 3) Les huiles de fritures usagées sont valorisable en savon.

En perspective on propose :



La purification du biogaz obtenus et une voix de valorisation.

Et finalement, on espère que ce travail va apporter une contribution vis-à-vis, la problématique du traitement et de la valorisation des déchets graisseux, et qu'il soit utile pour tout ce qui s'occupe aux problèmes liée à l'environnement.

Références bibliographiques

- [1] J-P. Canler, « Performances des systèmes de traitement biologique aérobie des graisses », rapport technique, Lyon (2001).
- [2] C. Jammes, « CO-Valorisation d'effluents graisseux et de résidus lignocellulosiques, déshydratation mécanique et compostage », thèse de doctorat, université de Limoges (2007).
- [3] S. Djadoun, « Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-onde », mémoire de Magister université de Tizi Ouzou.
- [4] S. Cepla, revue, « traitement des graisses: collecter et traiter les graisses pour mieux épurer l'eau ». N° : 303, l'eau l'industrie les nuisances -63-69 (www.revue-eln.com).
- [5] Benchikh, « Biochimie structurale », cours de biochimie, faculté de médecine de Mostaganem (2014 – 2015).
- [6] I. Zdanevitch, G. Masselot, S. Collet, O. Bour, « étude de la composition du biogaz de méthanisation agricole et des émissions en sortie de moteur de valorisation », rapport d'étude, Hauts-de-France (2009).
- [7] S. Hartig, « Guide sur le biogaz De la production à l'utilisation », Gülzow, Mannheim (2010).

Résumé

L'épuration des eaux usées est l'une de diverses mesures de protection de l'environnement utilisée à l'heure actuelle. Cette dernière s'effectue au sein d'une station d'épuration en passant par plusieurs traitements. Ce procédé génère des déchets graisseux riches en graisse et en matières organique qui sont nocifs.

Dans ce travail nous nous sommes intéressés au traitement et la valorisation de deux types de déchets graisseux. L'un issu de l'ONA et l'autre l'huile de friture usagée. Nous avons eu recours à différents procédés tels que le traitement du DG par digestion anaérobie (méthanisation) et la valorisation des huiles par saponification.

Les résultats obtenus sont satisfaisants, et montrent une bonne réduction des polluants allant jusqu'à l'obtention des normes de rejets. Les deux types de déchets ont été valorisés de manière largement satisfaisante.

Mots clés : Traitement, valorisation, déchets graisseux, méthanisation, saponification.

Abstract

Wastewater treatment is one of the several measures currently used for environmental protection. The latter is carried out in a sewage treatment plant through several treatments but this is insufficient because it generates fatty waste rich in fat and organic matter which is destructive.

In this work we are interested to the treatment and the valorization of two kinds of greasy waste. One of them is issued from ONA and the other one from the used frying oil. We have used various processes to the DW treatment, such as anaerobic digestion (methanation) and saponification to valorization of oils.

The obtained results are satisfactory and showed a good pollutants reduction, up to the achievement the standards limits. Both waste types have been largely satisfactorily valorized.

Key words: treatment, valorization, greasy waste, methanation, saponification.