

JIE<sub>84</sub>

66 / 452.40

LE GROUPE DE LA LYONNAISE DES EAUX ET LA METHANISATION  
RECHERCHES, ETUDES ET REALISATIONS

par Monsieur J. BEBIN

Société Lyonnaise des Eaux et de l'Eclairage  
Laboratoire Central  
38, rue du Président Wilson  
78230 LE PECQ

Dans G 3459/4 A

Le Groupe de la Lyonnaise des Eaux s'intéresse depuis de nombreuses années aux traitements biologiques anaérobies. La technologie de digestion à haute charge des boues résiduaires mise au point par Degrémont, avec le brassage au gaz de réacteurs à fonds plats et leur chauffage par circulation des boues dans des échangeurs externes s'est imposée non seulement en France mais un peu partout dans le monde :

Vers 1978 Degrémont s'est intéressé à la méthanisation des effluents de l'industrie agroalimentaire et a lancé ses premières études pilotes pour le traitement des effluents de distillerie vinicole et betteravière par le procédé du contact anaérobie. Bien d'autres types d'effluents industriels ont été testés depuis.

Ces recherches appliquées et les développements technologiques qui en sont issus ont permis la réalisation de la première station importante de méthanisation de conception française à la conserverie Bonduelle à Renescure fruit d'une collaboration exemplaire entre les chercheurs de l'INRA et les techniciens de Degrémont.

Nous ne reviendrons pas sur les résultats remarquables de cette installation qui ont déjà été abondamment cités.

Malgré tout le système choisi, le contact anaérobie associant la réaction biologique et une séparation par décantation entre la biomasse activée et le liquide traité dans deux appareils séparés, ne peut répondre au mieux à tous les problèmes. Le procédé Hollandais UASB à lit de boues granulaires parcouru de bas en haut par le fluide à traiter et comportant des dispositifs internes de séparation liquide-solide et de recyclage des boues paraissait il y a quatre ans, la technique de pointe. Plus compact et plus intensif que le procédé que nous avons retenu, il semblait devoir l'emporter dans la compétition technique et commerciale. Maintenant on peut affirmer que les cas favorables à la technique UASB, qui reste encore un procédé valable, sont mieux connus et qu'il y a une place importante pour d'autres procédés dont le contact anaérobie. L'exemple de l'industrie sucrière allemande en est une bonne preuve.

#### 1 - Méthanisation des effluents de sucrerie en Allemagne

Le Groupe Sudzucker qui regroupe plusieurs usines en Allemagne du Sud a comparé plusieurs techniques de méthanisation : traitement en une ou deux phases, procédé UASB ou ses variantes et procédé de contact-anaérobie que nous présentions. Les résultats de l'étude pilote sur une campagne sucrière ont été éloquentes : alors que les procédés à lits de boues présentaient des variations importantes dans les résultats et une tendance nette à l'hétérogénéité du lit entraînant des pertes importantes de matières en suspension, le contact anaérobie en une phase unique de digestion permettait d'obtenir un rendement d'élimination de la DCO et du COT supérieur à 95 % pour des charges remarquablement élevées : 12 kg DCO/m<sup>3</sup> de digesteur/jour, avec une parfaite constance. C'est que dans ce cas les conditions semblent particulièrement défavorables pour le procédé UASB : non seulement la charge des eaux de lavage et de transport des

betteraves croit comme dans toute sucrerie, par l'effet de recyclage tout le long de la campagne, mais en outre l'apport de chaux dans ce circuit afin d'y limiter les fermentations, sources d'odeur et de corrosion, entraîne une croissance de la concentration en calcium qui atteint 1350 à 1500 mg/l en fin de campagne d'où précipitation de carbonate de calcium dans le digesteur. Par ailleurs, les tares riches en limons et argiles de ces régions donnent des effluents riches en matières minérales pratiquement indécantables dans les lagunes prévues à cet effet. Ces deux éléments concourent à la formation dans le digesteur de boues très riches en matières minérales (75 % de MM), lourdes et que le brassage naturel dans le lit de boue d'un dispositif UASB est insuffisant à maintenir dans un état d'agitation et de fluidité satisfaisant. Par contre, le brassage énergétique par recyclage du gaz de digestion au fond d'un fermenteur, Degrémont répond au problème. Par ailleurs la séparation entre méthanisation et décantation est ici un facteur favorable. En effet, entre digesteur et décanteur secondaire il a été possible d'introduire un dispositif de classification des boues. Il s'agit d'une centrifugeuse horizontale cylindroconique à zone de clarification courte et anneau liquide minimal placée sur le circuit de recyclage des boues extraites du décanteur. On a pu ainsi séparer un sédiment très sec et apauvri en matière organique (siccité 53,5 %, teneur en MV :

7,5 %) et un centrat enrichi en matière organique et seul recyclé vers le digesteur (siccité 2,45 %, teneur en MV : 50,8 %). Dans ces conditions le taux de la fuite de matière organique par le sédiment et la surverse du décanteur peut être ajusté pour maintenir la masse active dans un rapport satisfaisant avec la pollution entrante et minimiser la croissance de la teneur en matières minérales.

A partir de ces essais une installation a été construite pour traiter 160 m<sup>3</sup>/h d'eaux résiduaires correspondant à une quantité de DCO de 23 t/j (rendement exigé : 90 % sur la DCO) pendant la campagne, et de 50 m<sup>3</sup>/h hors campagne (raffinage du sucre).

Le digesteur, d'un volume utile de 2100 m<sup>3</sup> est en acier revêtu et isolé extérieurement par de la laine de verre. Le brassage est assuré par deux compresseurs de 180 Nm<sup>3</sup>/h chacun. Le liquide, sortie digesteur est dégazé sous vide (- 1 m CE) et envoyé dans un décanteur épaisseur de 32 m de diamètre. Le gaz est stocké dans un gazomètre de 150 m<sup>3</sup>. L'installation a été mise en service en début de campagne sucrière 1983. L'ensemencement a été effectué fin septembre par des boues digérées de station traitant des effluents urbains et une levurerie. En un mois le digesteur atteignait 80 % de rendement à mi charge. Au début décembre, soit un mois et demi après l'ensemencement le digesteur était à pleine charge et atteignait un rendement de 95 %. Pendant les 11 derniers jours il recevait en fait 25 500 kg DCO, soit une charge de 12, 16 kg DCO/m<sup>3</sup>.j tout en assurant 95,2 % de rendement. La production de gaz, pendant cette période de marche stable, était de 0,47 m<sup>3</sup>/kg DCO éliminé, contenant 81 % de méthane, soit une production journalière de 11 400 m<sup>3</sup> de gaz équivalent de 7,7 TEP/jour

**SUDZUDCKER**  
**Démarrage du digesteur**

PERIODE	DEBIT ALIMENTATION	ALIMENTATION DCO	RENDEMENT SUR DCO
:	m <sup>3</sup> /h	kg/j	%
15 au 22/10 :	57	4 750	26
23 au 31/10 :	65	7 300	57
01 au 31/10 :	72	8 500	66
09 au 16/11 :	80	10 000	81
17 au 26/11 :	98	14 400	93
27 au 02/12 :	118	18 200	93
03 au 09/12 :	138	25 360	95,25
10 au 14/12 :	137	25 860	95,17

Tableau 1

2 - Méthanisation de mélanges organiques à haute teneur en matière sèche

Il est bien évident que plus la teneur en matière sèche des produits à digérer est forte, plus le brassage prend de l'importance. L'exemple qui suit est celui d'une usine fabriquant des produits alimentaires déshydratés et des aliments pour bébés.

Nous avons testé sur un pilote de 3 m<sup>3</sup> la méthanisation d'un mélange des boues biologiques en excès provenant de la station d'épuration par boues activées existantes et des déchets issus de la fabrication : pelures de pommes de terre, de carottes et de pommes, déchets de viande et divers fruits et légumes, préalablement broyés. Le mélange obtenu a une composition équilibrée en N et P que les déchets seuls n'auraient pas eue.

Le mélange alimentant le pilote avait les caractéristiques suivantes :

MS	: 45 ± 5 g/l
Matières organiques	: 85 ± 3 %
Acides gras volatils	: 1 à 3 g/l
COT	: 27 à 46 % des matières organiques
Carbone organique soluble	: 3,5 ± 2 g/l
Azote	: 4,4 % MS
P	: 1 % MS
C/N/P	: 100/10/2,5

par rapport au carbone total

Les résultats de digestion montrent qu'il est possible de méthaniser 45 à 55 % de la matière organique totale en produisant en moyenne 1,2 m<sup>3</sup> de gaz par kg de matière organique. Ce gaz contient en moyenne 60 % de méthane. L'étape de méthanisation n'a jamais été l'étape limitante comme le montre la teneur en AGV du digesteur qui n'a jamais dépassé 100 mg/l. Par contre, la lenteur de l'hydrolyse de la matière organique en suspension a imposé un temps de séjour qui ne soit pas inférieur à 20 jours.

Dans de telles conditions la technique de la digestion classique, sans recyclage de biomasse s'impose. Les résultats sont très voisins de ceux obtenus dans une digestion de boues.

### 3 - Traitement anaérobie des effluents dilués - Exemple de la brasserie

La brasserie Sébastien Artois à Armentières produit 1700 m<sup>3</sup>/j d'une eau résiduaire peu concentrée (DCO normale 4 400 mg/l). Les essais effectués à l'usine montraient qu'il était délicat dans une digestion fonctionnant en contact anaérobie de maintenir une concentration suffisante de boues actives et d'éviter le lessivage du digesteur.

Conseillée par des Universitaires belges la direction de l'usine s'orientait vers une solution UASB en deux stades. Degrémont mit donc au point pour cette affaire un dispositif de digestion à flux ascendant à travers un lit de boue dans un ensemble combinant réaction biologique et décantation et s'inspirant des enseignements donnés par les bassins combinés aérobies Oxycontact quant à la bonne circulation des fluides dans de tels systèmes. L'installation comporte donc après un bassin de stockage de 500 m<sup>3</sup>, un premier ensemble digesteur-décanteur d'acidification (V. total 300 m<sup>3</sup>) et un deuxième appareil consacré à la phase de méthanisation (V. total 1000 m<sup>3</sup>). Le volume pour les deux phases de digestion est de 780 m<sup>3</sup>. La quantité de pollution à traiter est au maximum de 8 t DCO/jour, la charge volumique maximale est donc voisine de 10 kg DCO/m<sup>3</sup>.j.

Le démarrage de cette installation dans les derniers mois de 1983 a montré qu'il était très difficile de former naturellement les boues granulaires indispensables à la bonne marche du système avec ces rejets de brasserie. Sans boues granulaires le débit acceptable est limité et les pertes de boues importantes. Un ensemencement avec des boues granulaires préalablement formées dans une autre station a permis en avril 1984 d'accepter un débit de 25 % supérieur au débit prévu avec un rendement de 90 %. Par ailleurs il a été constaté que le traitement en deux phases n'était pas nécessaire avec de tels effluents car l'acidification est pratiquement achevée dans le bassin de stockage en amont des digesteurs.

Depuis cette date les deux digesteurs fonctionnent en parallèle. Les semaines à venir permettront de juger de la stabilité du fonctionnement dans ces nouvelles conditions.

Quoique cette installation parvienne actuellement à donner les résultats attendus, notre opinion est que pour de telles eaux résiduaires (concentration de 4400 à 2400 mg/l DCO) un dispositif de traitement à flux ascendant à travers un lit de boue n'est finalement guère plus stable qu'un contact anaérobie d'autant que la formation des indispensables boues granulaires est comme il l'a déjà été constaté en maints endroits, aléatoire et difficile à prévoir et contrôler.

### 4 - Traitement des effluents de distillerie

Tant pour la méthanisation des vinasses de distillation de canne à sucre que pour celles des vinasses de distillerie vinicole, surtout quand elles comportent un traitement des vinasses de lies particulièrement concentrées et visqueuses, nous pensons que le contact anaérobie est encore la solution la plus efficace et la plus sûre d'exploitation.

C'est ainsi que Degrémont est en train de réaliser deux installations de ce type :

- En France pour la distillerie vinicole MENESSION à Bagnoles s/Sèze où un digesteur métallique de 800 m<sup>3</sup> traitera 3 t de DCO par jour (vinasses de vin et de lies)

- Au Paraguay pour la distillerie de canne à sucre d'APAL où un traitement poussé est en construction, comportant une méthanisation et une épuration complémentaire par boues activées. La quantité de DCO à traiter atteindra 50 t/jour.

La méthanisation comporte un digesteur de 9 400 m<sup>3</sup> suivi d'un décanteur avec recyclage de la boue vers le digesteur. Cette première phase est calculée pour assurer un rendement de 80 % de la DCO.

Le traitement aérobic qui suit est prévu pour assurer l'élimination de la pollution carbonée résiduelle et de la pollution azotée. Il comporte donc une anoxie en tête de 800 m<sup>3</sup> et un bassin d'aération de 7 740 m<sup>3</sup> ainsi qu'un décanteur secondaire.

L'ensemble de la station donnera un rejet dont la pollution sera inférieur à 90 mg/l en DBO et 50 mg/l en azote total, normes acceptables pour le rejet dans le RIO TEBICURY qui se jette, très près de là, dans l'énorme RIO PARAGUAY.

Le gaz produit dans le digesteur devrait fournir l'équivalent de 12 TEP par jour, soit 25 % de la consommation énergétique de la distillerie (production de vapeur). On notera que cette production énergétique est huit fois supérieure aux besoins énergétiques de la totalité du traitement d'épuration.

## 5 - Méthanisation par cultures fixées

Degrémont dispose donc des techniques de digestion classiques, du contact anaérobie et d'une technologie de la digestion par flux ascendant à travers un lit de boue. Cherchant à développer la méthanisation à très haute charge pour les effluents industriels peu concentrés. Nous avons construit une importante station pilote sur le site de la station d'épuration de Gervais Danone à Neufchâtel en Bray. Cette station comporte cinq réacteurs - trois pour méthanisation sur lit fixe et deux pour la méthanisation sur lit mobile turbulent ou fluidisé. L'étude de la technique de la méthanisation sur lit mobile fait l'objet d'une subvention de l'AFME.

L'ensemble de l'unité pilote permet donc, d'une part de comparer divers types de matériaux support et d'autre part de comparer les techniques des lits fixes et mobiles. Elle permet en outre, la mise au point des techniques de contrôle de la production de biomasse en excès dans les filtres et compte tenu de la taille des unités (1,25 à 5 m<sup>3</sup> de volume de digestion) d'étudier la réponse des filtres à des conditions de marche industrielles.

### 5-1 - Lits fixes

En ce qui concerne les lits fixes, les essais entrepris depuis deux ans ont permis de développer une technologie originale de traitement par cultures fixées, le procédé BIOFAR.

L'effluent traité (eau résiduaire de laiterie et fabrication de produits laitiers frais) avait une DCO variant de 1,5 à 2,5 g/l et était relativement pauvre en matières en suspension (900 à 1000 mg/l).

A noter qu'avec de tels rejets la concentration en graisses extractibles à l'hexane n'est pas négligeable (200 mg/l) ce qui était important pour étudier les facteurs de colmatage des différents matériaux.

Trois types de matériaux ont été testés : remplissage vrac (cylindres ondulés plastique de 3 cm de hauteur et de diamètre), surface spécifique 230 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, matériaux ordonnés, tubes ondulés plastiques - (diamètre 3 cm), surface spécifique 160 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, et tubes multicanaux lisses (diamètre d'un canal 0,8 cm), surface spécifique 225 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>. L'étude des montées en charge a montré que la formation d'un film actif était plus rapide avec les matériaux ondulés que pour le matériau lisse ainsi que le prouve le tableau suivant : les montées en charge ont été faites quant le rendement moyen hebdomadaire d'un pilote dépassait 70 %.

Tableau 2

Temps pour atteindre une CV	matériau "vrac"	matériau ordonné ondulé	matériau ordonné lisse
CV = 3 kg/m <sup>3</sup> .j	40 j	50 j	80 j
CV = 6 kg/m <sup>3</sup> .j	70 j	110 j	120 j
CV = 9 kg/m <sup>3</sup> .j	145 j	160 j	165 j
CV = 12 kg/m <sup>3</sup> .j	165 j	168 j	200 j
CV = 15 kg/m <sup>3</sup> .j	178 j	185 j	225 j

Les pouvoirs de rétention et de fixation de matière (matières en suspension + biofilm) après 150 jours de fonctionnement sont riches d'enseignement :

Tableau 3

	: Matières sèches : : fixées		: Matières volatiles : : fixées		: Graisses : : fixées		: NTK : : fixé	
	: kg/m <sup>3</sup>	: kg/m <sup>2</sup>	: kg/m <sup>3</sup>	: kg/m <sup>2</sup>	: kg/m <sup>3</sup>	: kg/m <sup>2</sup>	: kg/m <sup>3</sup>	: kg/m <sup>2</sup>
Matériau vrac :	18	0,08	7,4	0,032	1,2	0,0050	0,6	0,0026
Ordonné ondulé :	7,6	0,05	4	0,025	0,5	0,0035	0,25	0,0017
Ordonné lisse :	4,7	0,02	2,4	0,010	0,8	0,0036	0,20	0,0009

Ainsi le matériau vrac fixe nettement plus de matières inertes et graisses que les matériaux ordonnés et particulièrement l'ordonné lisse : 4 fois plus de matières sèches fixées, mais seulement 3 fois plus de NTK (significatif de protéines, donc des microorganismes). Par contre les performances à charge volumique égale des trois pilotes sont très voisines. On peut donc en conclure qu'avec un matériau lisse le transfert de substrat vers le biofilm est plus aisé car l'épaisseur du biofilm est faible et le colmatage réduit alors qu'il est plus difficile sur un matériau vrac présentant des zones de colmatage ou d' "entartinage" importantes.

Après une deuxième période de fonctionnement de 200 jours, mais en traitant un effluent plus concentré (5 g/l par ajout de lactosérum) sur le même matériau - doncensemencé - on constate toujours plus de matière dans le matériau vrac que dans le matériau ordonné lisse, mais la différence est moins forte (rapport de 1 à 0,8). Par contre, les teneurs en graisses fixées ont dans les deux cas nettement diminué ce qui peut s'expliquer par une très lente adaptation de la flore bactérienne à l'assimilation des lipides, effective après plus de six mois de fonctionnement. D'ailleurs l'étude comparative, dans le temps des rendements et des charges montre que l'adaptation à l'épuration anaérobie de bactéries fixées sur matériau plastique nonensemencé est lente. Dans notre cas le traitement se stabilise à un rendement de 80 à 85 % pour l'élimination de la DCO, mais la montée en charge est plus rapide avec le matériau vrac qu'avec le matériau ordonné lisse.

Tableau 4

	: Matériau vrac	: Matériau ordonné lisse
	: %	: %
Trois premiers mois	:	:
Cv 1,2 kg DCO/m <sup>3</sup> .j	: 76	: 51
Cv 2,6 " " "	: 82	: 83
Cv 4,0 " " "	: 85	: —
Cv 7,2 " " "	: 87	: —
4ème et 5ème mois	:	:
Cv 3,0 kg DCO/m <sup>3</sup> .j	: —	: 86
Cv 6,0 " " "	: —	: 80
Cv 7,6 " " "	: 85	: —
Cv 8,5 " " "	: 91	: —
6ème et 7ème mois	:	:
Cv 7,2 kg DCO/m <sup>3</sup> .j	: —	: 90
Cv 12 " " "	: 86	: 80
Cv 15 " " "	: 80	: —

Quant aux rendements de gazéification exprimés par rapport à la DCO introduite ils évoluent quelque soit le matériau de la même manière : la courbe d'évolution a une pente négative quand la charge volumique croit tout le long de l'étude. Ceci ne peut s'expliquer puisque les rendements d'épuration eux restent relativement stables que par une réduction progressive, par croissance de la biomasse fixée, du volume libre pour la circulation des fluides dans la masse filtrante et donc par une baisse du temps de séjour hydraulique de l'effluent dans le filtre. En moyenne on produit 0,32 à 0,35 m<sup>3</sup> de gaz par kg DCO et en fin de période d'essai cette production tend en fait vers 0,2 m<sup>3</sup> gaz/kg DCO introduite.

Dans la deuxième période de fonctionnement (concentration en DCO forte) on notera la même tendance mais les moyennes sont plus élevées : 0,45 à 0,5 m<sup>3</sup> gaz/kg de DCO ; cette différence avec la période précédente pouvant s'expliquer par une proportion plus importante de méthanigènes dans le biofilm et par une meilleure dégradation des lipides.

Cette deuxième période de fonctionnement avec un biofilm adapté et des charges élevées (12 à 20 kg DCO/m<sup>3</sup>.j) a montré en outre que le matériau vrac - à charge constante - présentait des chutes de rendement explicables seulement par un colmatage progressif. L'étude des temps de séjour réels de l'effluent dans le filtre par traçage au lithium corrobore ce fait. C'est ainsi qu'en 40 jours le temps de séjour hydraulique passe de 2,4 h à 5,1 h grâce à des décolmatages successifs.

Les conclusions de cette étude nous donnent des éléments essentiels pour la conception d'un système optimal :

- Vitesse de colonisation : différences importantes dans le comportement des matériaux, le matériau vrac présentant des aptitudes à la colonisation très supérieures à celles du matériau ordonné ondulé, elles mêmes supérieures à celles du matériau ordonné lisse.

- Vitesse de colmatage : si le matériau vrac se colonise vite il se colmate aussi rapidement alors que le matériau tubulaire lisse présente par contre une faible aptitude au colmatage.

Il en résulte qu'il serait utile de combiner dans le même appareil les avantages des deux types de matériaux tout en minimisant leurs inconvénients. D'où la conception du BIOFAR où l'effluent parcourant de bas en haut le filtre, rencontre successivement une couche de matériau ordonné puis une couche de matériau vrac à la partie supérieure. Cette disposition permet de garder, dans la partie inférieure du réacteur, une structure à large canaux dans laquelle l'effluent et plus particulièrement ses matières en suspension peuvent subir une hydrolyse qui liquéfie ces matières. Par ailleurs, la bonne répartition de l'effluent à la base du filtre sera favorisée sans qu'il soit nécessaire d'installer un dispositif de répartition sophistiqué grâce à la couche de matériau vrac créant une perte de charge supérieure à celle du matériau ordonné. Ce système permet donc à la fois une colmatation rapide du filtre et le maintien d'une biomasse importante qui autorise des charges volumique de 10 à 20 kg DCO/m<sup>3</sup>.j.

Le colmatage fortement ralenti par la disposition adoptée se développe néanmoins progressivement. Il a donc été nécessaire de concevoir un système de décolmatage périodique par lavages ou chasses brutales. Grâce à cette disposition la sécurité du fonctionnement dans le temps est assurée.

Enfin au cours de nos essais, nous avons constaté qu'en flux ascendant, dans la partie inférieure d'un filtre BIOFAR, c'est-à-dire dans la zone de matériau ordonné lisse se développait un véritable lit de boue maintenu stable par les nombreux effets de parois des tubes multicanaux.

Le système s'avère en fait être une combinaison d'un réacteur à lit de boues et d'un réacteur à cultures fixées.

La première réalisation de méthanisation selon le système BIOFAR est en cours de réalisation à la laiterie St Hubert à Meguières traitant 2800 kg de DCO dans un filtre de 264 m<sup>3</sup> avec un rendement prévu de 80 %. Le débit traité sera de 1200 m<sup>3</sup>/j.

### 5-2 - Lits mobiles

Dans deux pilotes spécialement conçus, nous testons à Neufchâtel en Bray deux techniques de méthanisation par cultures fixées sur lit mobile :

. la technique du lit turbulent où le matériau support de la biomasse, granulaire, est mis en mouvement grâce à la turbulence engendrée par l'injection du biogaz dans la masse au moyen d'un gaz-lift.

. la technique du lit fluidisé où le matériau support est mis en expansion par l'effet d'un flux hydraulique suffisant : débit d'alimentation en eau à traiter plus débit réglable de recyclage de l'effluent méthanisé. Dans ce dernier procédé, une technique originale d'injection du débit de fluidisation a été mise au point, un brevet est en cours de dépôt.

Avec l'effluent de la laiterie, enrichi de lactosérum pour maintenir la DCO au voisinage de 5000 mg/l, la montée en charge des deux réacteurs à lits mobiles est particulièrement rapide : 107 jours pour atteindre 21 kg DCO/m<sup>3</sup>.j en lit turbulent avec un rendement stable moyen de 83 %.

Pour le lit fluidisé les performances sont encore plus étonnantes : 80 jours pour atteindre la charge de 21 kg DCO/m<sup>3</sup>.j avec un rendement de transformation de cette DCO de 95 à 97 % et trente jours supplémentaires pour atteindre une charge de 30 kg DCO/m<sup>3</sup>.j avec un rendement jamais inférieur à 90 %. Performance qui n'a jamais pu être atteinte de manière stable dans les essais en lits fixes même avec des charges trois fois plus faibles.

Les essais en cours permettront de définir les meilleurs conditions d'une marche vraiment industrielle. Ces résultats très prometteurs nous permettent de penser qu'il y a là des dispositifs bien adaptés pour le traitement à très haute charge d'effluents industriels relativement dilués en pollution dissoute tout en minimisant les problèmes de colmatage.

### 6 - Recherches de base

Pour soutenir cet effort considérable de Degrémont dans la conception et la diffusion de systèmes industriels de méthanisation, le Laboratoire Central de la SLEE a lancé il y a trois ans un ambitieux programme de recherche. Ce programme est directement lié aux aspects "écologiques" de la méthanisation et s'alimente des problèmes rencontrés sur les pilotes et les installations industrielles. En outre, une approche encore plus fondamentale des problèmes a été organisée dans le cadre d'une collaboration avec l'Institut Pasteur (Prof. Aubert) et l'Université de Madison (Prof. Zeikus).

Le premier travail du Laboratoire a été de se doter de moyens analytiques chimiques et microbiologiques performants : mesure des cinétiques de production de gaz par traçage radioactif analyse chimique CPG, HPLC et microscopie équipé en fluorescence. Ces moyens permettent de caractériser l'activité potentielle d'une biomasse méthanigène et de rendre compte ainsi de l'impact d'éventuelles pressions de l'environnement sur la digestion.

Cette approche cinétique notamment par traçage radioactif a l'avantage grâce à un programme informatisé de traitement des données, de permettre une mesure très rapide de l'activité, comparée aux numérations fastidieuses de populations (plusieurs mois d'incubation et de repiquages) impliquées dans le processus. A côté des techniques analytiques, nous avons développé avec l'aide des équipes de Pasteur et de Madison des techniques microbiologiques d'isolement et de culture en milieux liquides et solides, outils indispensables pour la compréhension du processus de méthanisation. Actuellement notre effort de recherche s'est orienté vers deux grandes

questions :

I - Influence d'éléments chimiques comme les cations ou les sulfates sur la méthanisation :

- . acclimatation
- . seuils toxiques

II - Etude du colmatage des réacteurs à cultures fixées sur lits fixes.

#### 6-1 - Etude de la toxicité des cations

Il s'agit essentiellement des cations sodium et potassium. Ils sont en effet présents à des concentrations élevées dans certains effluents agro alimentaires (vinasses de distilleries) ou industriels. Nous avons choisi comme substrat, le lactosérum pour lequel nous disposons de cultures adaptées. La première partie de l'étude est réalisée en fermentation discontinue dans des réacteurs de 5 litres (3,5 litres de volume utile) placés dans un bain thermostaté et agités magnétiquement. L'influence de chacun des cations est étudiée dans trois réacteurs :

- un témoin alimenté par une solution de lactosérum tamponnée avec 0,05 M de bicarbonate du cation considéré.

- un réacteur dans lequel les concentrations en cations sont augmentées rapidement pour mesurer le degré d'inhibition par rapport au témoin.

- un réacteur d'acclimatation des boues à des valeurs de concentration en cation croissant lentement.

Les cations sont apportés sous forme de chlorure. Chaque teneur en cation est testée pendant un cycle d'une semaine.

Ces essais ont permis de déterminer les pourcentages d'inhibition croissants jusqu'à 90 % par rapport au témoin pour des concentrations croissantes de cations jusqu'à 0,9 M pour le sodium (20 700 mg/l) et 0,5 M pour le potassium (19 500 mg/l).

En ce qui concerne l'acclimatation, nos cultures ont pu, à l'heure actuelle, être acclimatées jusqu'à 0,45 M pour le sodium (10 350 mg/l) et 0,25 M pour le potassium (9750 mg/l). La suite de l'étude portera sur l'analyse de l'influence des cations sur une fermentation en continu dans des réacteurs de 15 litres.

Un cas concret sera parallèlement étudié, celui des effluents de distillerie de canne à sucre, en collaboration avec l'Institut Indien de Technologie de Bombay, au niveau du laboratoire, au Pecq et en station pilote près de Bombay. Nous étudierons plus particulièrement l'influence des concentrations de potassium et de sulfates sur la méthanisation.

### 6-2 - Etude du colmatage des réacteurs à cultures fixées

Sur les pilotes en lits fixes il a été constaté non seulement des cas de colmatage par accumulation de matières en suspension et de graisses dans les vides du filtre mais aussi des cas de développement de bactéries filamenteuses formant un feutrage important.

Des discussions avec l'équipe du professeur ALBAGNAC à l'INRA de Lille nous ont orienté vers l'hypothèse que ces bactéries filamenteuses seraient bien des méthanifères du genre METHANOTHRIX, isolé et décrit récemment par Zender. Ce sont des bactéries méthanogènes strictement acétoclastes et caractérisées par une forte affinité vis-à-vis de l'acétate et un très faible  $\mu_{Max}$ .

Dans deux colonnes pilotes remplies d'un support granulaire et alimentées par un substrat à base d'acétate nous cherchons à déterminer les conditions d'apparition de ces bactéries filamenteuses.

Au démarrage d'une colonne nonensemencée on a constaté que se développe surtout METHANOSARCINA qui a une faible affinité pour l'acétate et un temps de doublement élevé. Nous espérons prouver que lorsque les concentrations en acétate baissent dans le réacteur du fait de l'accroissement de la flore méthanigène, les conditions deviennent progressivement favorables pour METHANOTHRIX.

Cette étude fait l'objet d'une thèse de troisième cycle et durera deux années.

### 6-3 - Etudes fondamentales

Les recherches menées par l'Institut Pasteur dans le cadre de leur contrat avec la SLEE ont porté sur le métabolisme soufré et azoté et sur une approche génétique des méthanigènes.

L'étude de la nutrition azotée d'espèces du genre METHANOBACTERIUM a permis de mettre en évidence que outre l'ammoniac seules la glutamine et l'urée peuvent servir de source d'azote.

D'autre part, les voies initiales de l'assimilation de l'ammoniaque ont été étudiées. Une première enzyme la glutamine synthétase a été partiellement purifiée dans le cas de *Methanobacterium* souche IVANOV.

L'étude de la nutrition soufrée a démontré que seul le soufre élémentaire, en plus des sulfures, pouvait être utilisé comme souche de soufre pour les *Methanobacterium*. Des composés comme sulfites, dithionite et thiosulfate sont par contre inhibiteurs.

Quant au programme génétique il a permis d'obtenir deux banques de gènes de *Methanobacterium thermoautotrophicum*. Des essais d'expression de ces gènes chez *Escherichia Coli* sont actuellement en cours.

Au Laboratoire du Professeur Zeikus - Université du Wisconsin - Madison - les recherches effectuées en collaboration avec la Lyonnaise des Eaux portent sur deux points particuliers :

- Etude des enzymes impliquées dans le processus de conversion des composés carbonés en méthane notamment la CO-déshydrogénase et deux types d'hydrogénases.

- Caractérisation de co-cultures stables et définies vis-à-vis de substrats types.

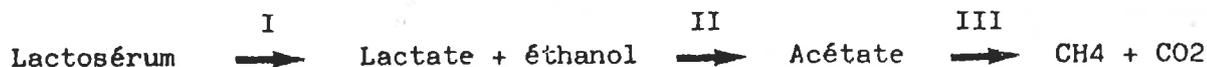
Le but est ici d'obtenir la bioconversion maximale d'un substrat particulier par le minimum d'étapes à l'aide de bactéries bien caractérisées. Ces co-cultures pourraient alors être utilisées comme levains "starters" lors d'ensemencements de réacteurs travaillant sur un effluent industriel ou pour rétablir une population méthanigène en difficulté.

D'autre part, ces études permettent d'identifier les métabolites intermédiaires principaux des réactions de dégradation anaérobie des substrats et par leur suivi in situ dans les réacteurs industriels il serait ensuite possible de contrôler finement la bonne marche des digesteurs.

Deux types de substrats ont été abordés :

#### Effluent type Lactosérum

Des isolats ont été obtenus à partir des boues des pilotes Degrémont de Neufchâtel. La chaîne métabolique suivante a pu être mise en évidence :



I - Bactéries lactiques II - Bactéries acétogènes III - Méthanogènes acétoclastes (*Méthanosarcina barkerii*)

### Effluent type protéine (abattoir)

Le substrat de base étudié est le collagène dont la dégradation suit la chaîne : collagène  $\longrightarrow$  acides aminés  $\longrightarrow$  acétate  $\longrightarrow$  CH<sub>4</sub> + CO<sub>2</sub>.

Comme dans le cas précédent une bactérie spécifique performante pour chaque étape a été isolée.

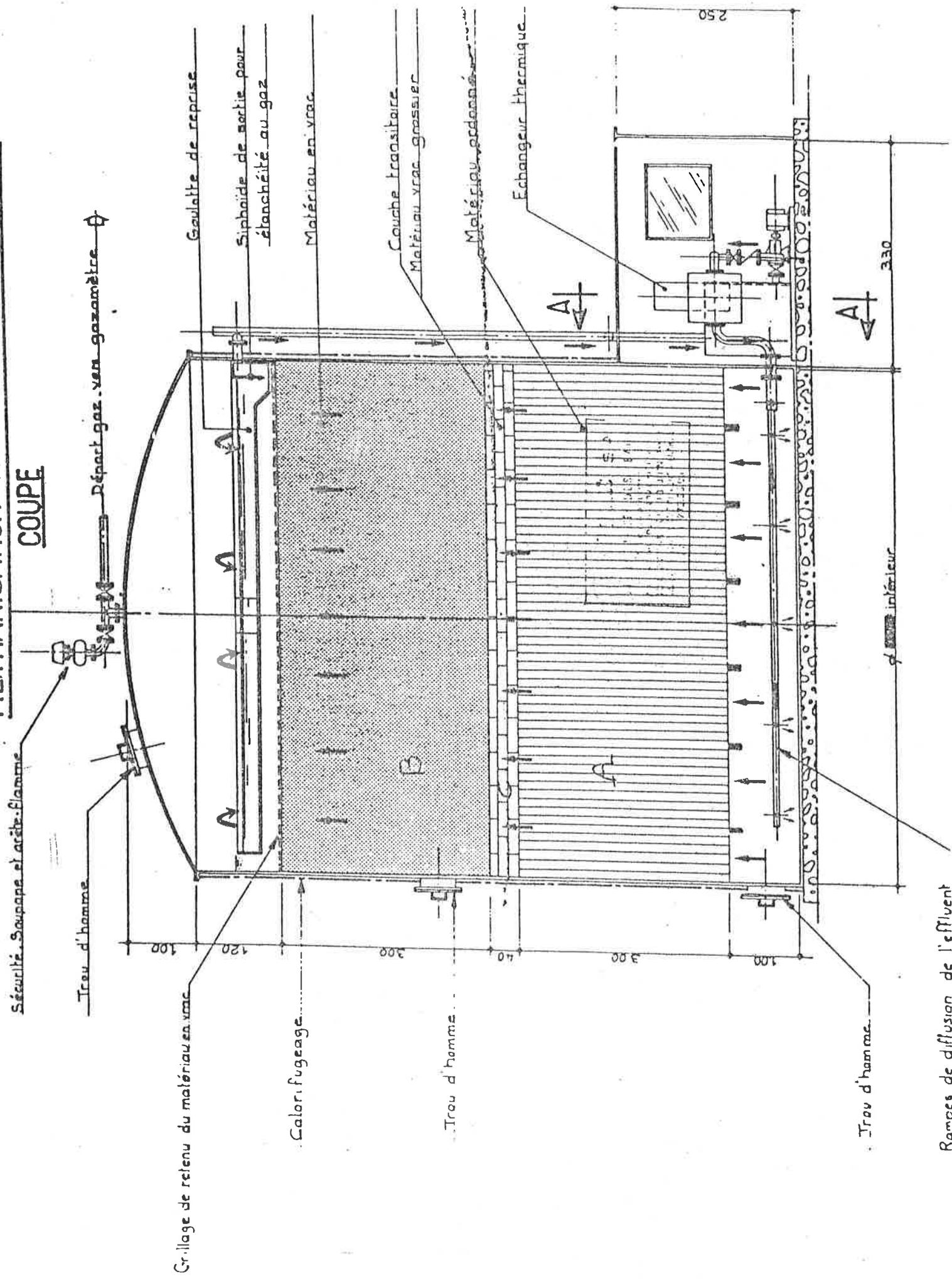
Dans la suite de cette recherche onensemencera des réacteurs alimentés par ces effluents types avec ces co-cultures dans des conditions proches de la réalité industrielle. Ceci permettra d'apprécier le gain apporté par l'ensemencement ainsi adapté par rapport à une mise en route classique d'un digesteur.

### 7 - Conclusions

Par ces recherches industrielles menées sur pilotes et en dépouillant les résultats du fonctionnement d'installations en vraie grandeur ainsi que par les recherches de base et fondamentales que nous menons à la fois dans nos laboratoires et avec des Centres de recherches associés, nous espérons acquérir une maîtrise aussi large que possible de la méthanisation, méthode d'épuration et de valorisation énergétique des effluents industriels qui nous paraît riche de développements futurs même si sa pénétration paraît lente acuellement dans l'arsenal des traitements appliqués en France. L'avenir, nous l'espérons, justifiera l'importance de notre effort de R et D dans ce domaine.

# METHANISATION PAR CULIQUES FIXES

## COUPE



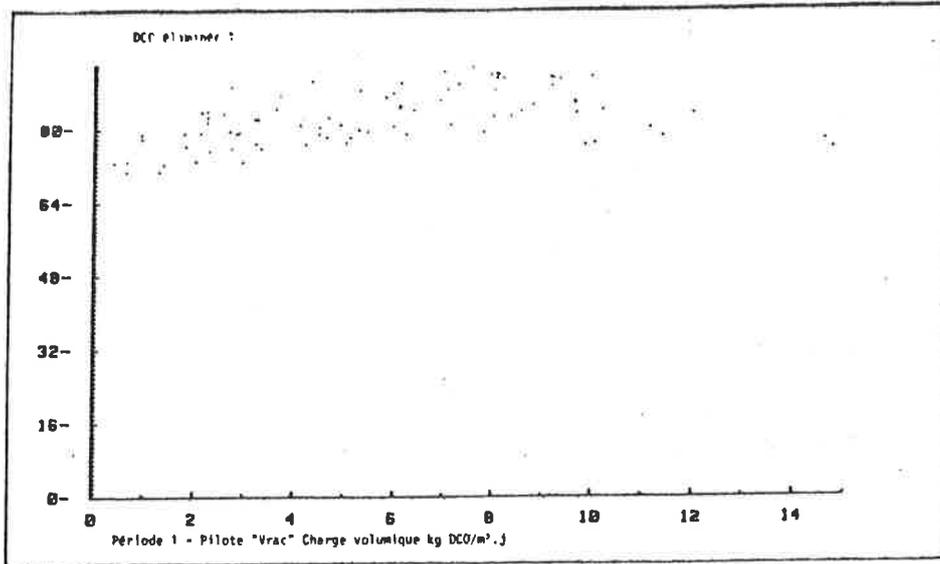


Figure 2

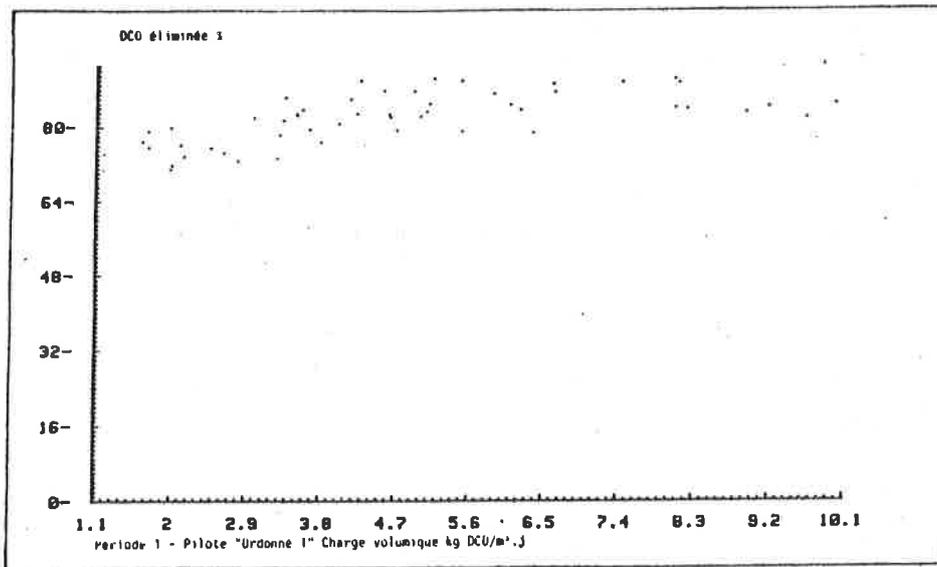


Figure 3

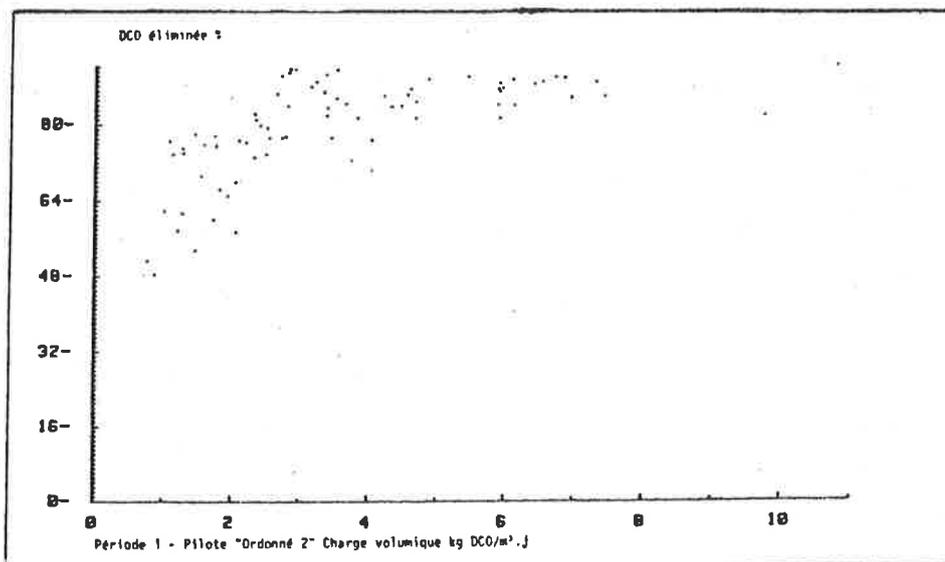


Figure 4

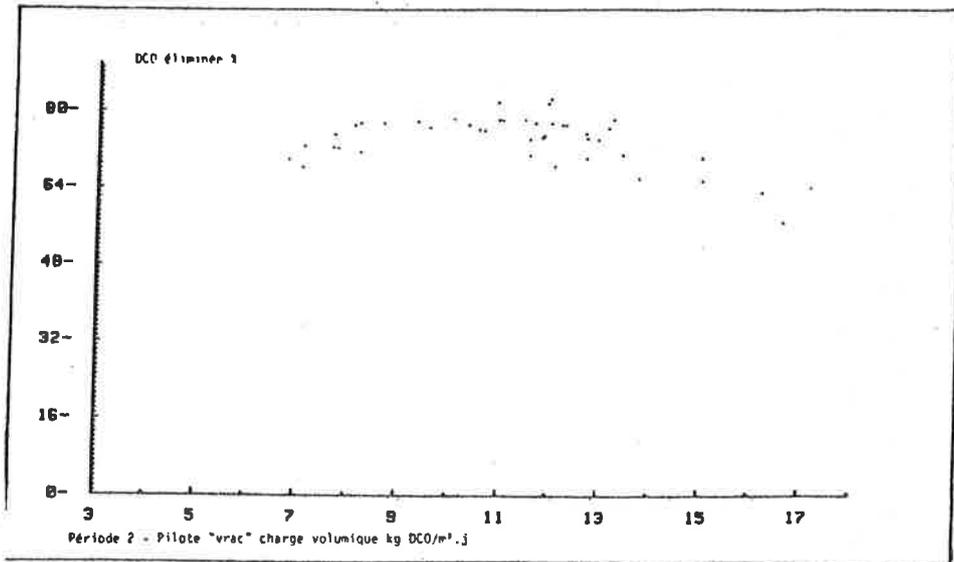


Figure 5

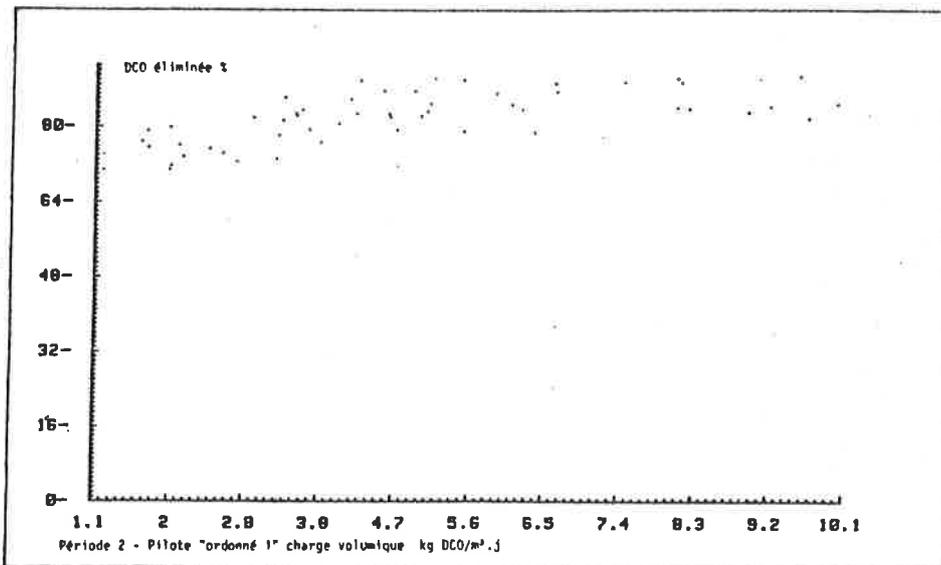


Figure 6

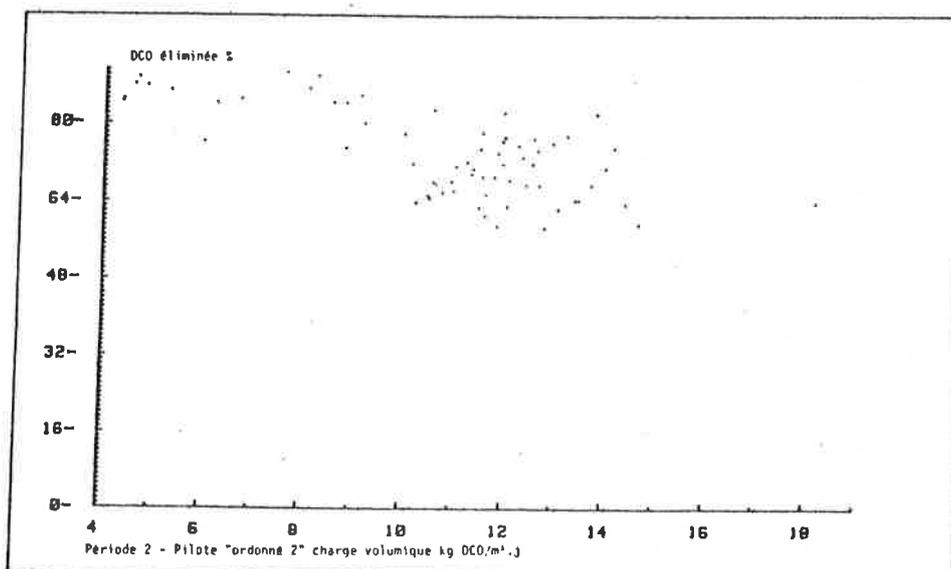


Figure 7

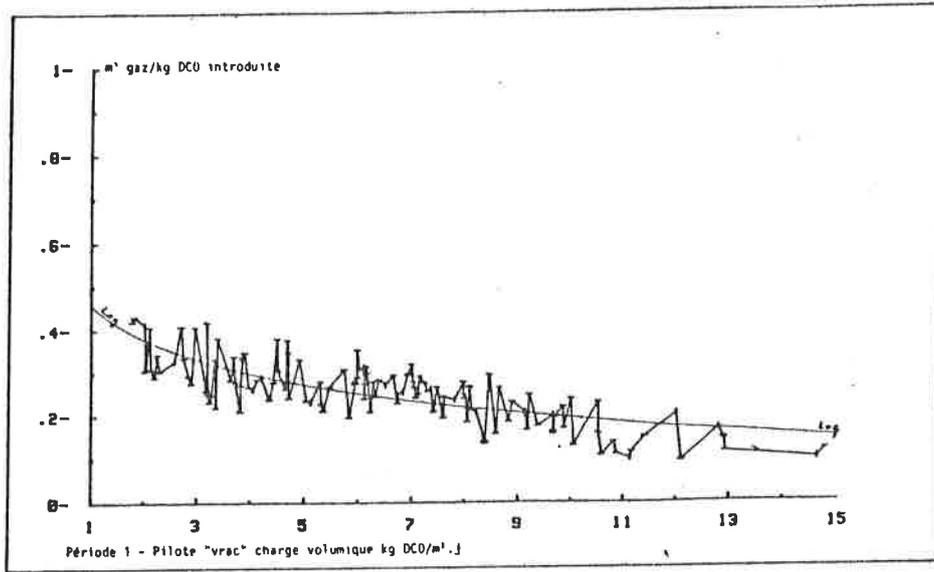


Figure 8

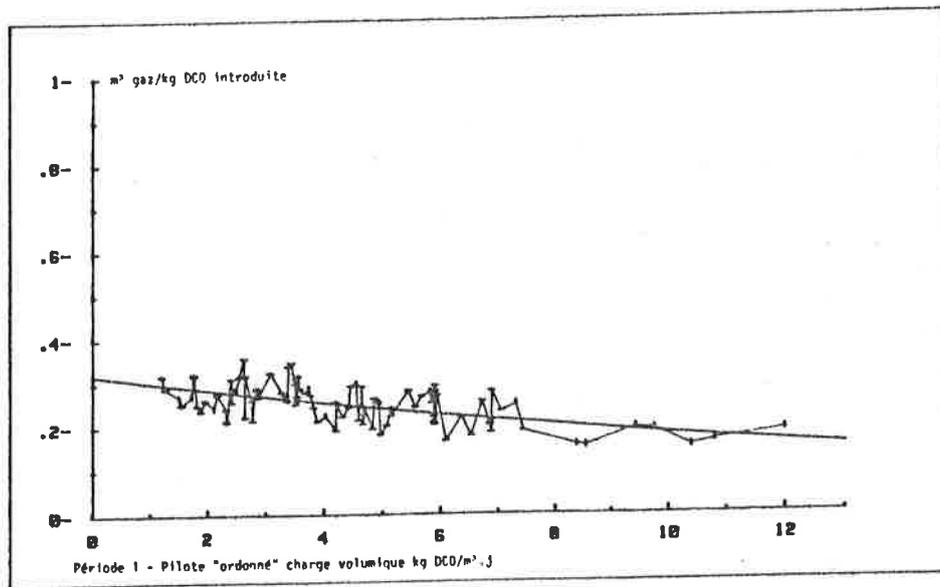


Figure 9