

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

11 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 134 823

21 N° d'enregistrement national : 22 03720

51 Int Cl⁸ : C 12 Q 3/00 (2022.01), C 12 Q 1/04, C 12 M 1/36, 1/
34, C 02 F 11/04, C 12 P 5/02

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 21.04.22.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 27.10.23 Bulletin 23/43.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : SUEZ Société anonyme à conseil
d'administration — FR.

72 Inventeur(s) : MOSCOVIZ Roman, CAMACHO
Patricia, ROUEZ Maxime et GUILAYN Felipe.

73 Titulaire(s) : SUEZ Société anonyme à conseil d'admini-
stration.

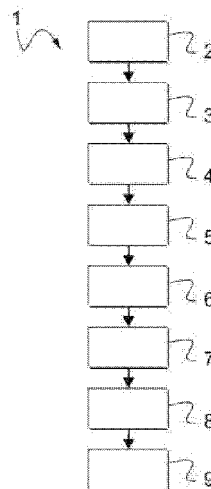
74 Mandataire(s) : FEDIT-LORiot.

54 Procédé de calcul d'un paramètre de fonctionnement d'un digesteur en présence d'au moins un inhibiteur.

57 Procédé de calcul (1) d'un paramètre de fonctionne-
ment d'un digesteur adapté pour produire un digestat et du
biogaz, contenant du méthane, ledit procédé comprenant
les étapes suivantes :

- Une étape de définition (2) d'une gamme de concentra-
tion d'un intrant du digesteur et d'une gamme de tempéra-
ture de fonctionnement de l'opération ;
- Une étape d'estimation préliminaire (3) d'une concentra-
tion intermédiaire ;
- Une étape de détermination (4) du pH au sein du
digesteur ;
- Une étape d'estimation (5) d'une concentration d'au
moins un composé inhibiteur présent au sein du digesteur ;
- Une étape d'identification (6) d'un ou plusieurs microor-
ganismes présentant une cinétique limitante présents dans
le digesteur ;
- Une étape de prédiction (7) du taux de croissance
maximal du ou des microorganismes déterminés ;
- Une étape d'identification (8) de la charge maximale
admissible dans le digesteur ; et
- Une étape de calcul (9) dudit paramètre de fonctionne-
ment du digesteur en fonction la charge maximale admis-
sible identifiée.

Figure de l'abrégié : Figure 1



FR 3 134 823 - A1



Description

Titre de l'invention : Procédé de calcul d'un paramètre de fonctionnement d'un digesteur en présence d'au moins un inhibiteur

- [0001] L'invention concerne le domaine des digesteurs, aussi appelés réacteurs à biogaz ou méthaniseurs.
- [0002] Plus particulièrement, l'invention concerne un procédé de calcul d'un paramètre de fonctionnement d'un digesteur.
- [0003] L'objectif d'un digesteur est de produire du biogaz par digestion anaérobie.
- [0004] La digestion anaérobie correspond à une cascade de réactions biochimiques permettant de convertir la matière organique présente dans le digesteur en biogaz correspondant principalement en un mélange de dioxyde de carbone et de méthane. Les matières restantes sont appelées digestat.
- [0005] Ce procédé est intrinsèquement complexe car :
- [0006] – chaque étape de dégradation est réalisée par des groupes de microorganismes distincts, ayant chacun leur propre cinétique, conditions de croissance optimale et composés inhibiteurs spécifiques ;
- [0007] – ces groupes de microorganismes interagissent entre eux, ce qui peut résulter par exemple en des phénomènes de compétition ou de syntrophie ;
- [0008] – les conditions opératoires du procédé, tel que le mode d'alimentation ainsi que la nature de l'intrant ou encore la température, influencent fortement les cinétiques de ces groupes de microorganismes.
- [0009] Cette complexité rend relativement difficile le dimensionnement des réacteurs ainsi que le suivi de ce procédé.
- [0010] De plus, des composés inhibiteurs fréquemment présents en digestion anaérobie tels que l'ammoniac et le sulfure d'hydrogène affectent particulièrement certains groupes de microorganismes entraînant une modification significative de la productivité en méthane du procédé.
- [0011] La gestion de ces composés est donc cruciale pour le bon fonctionnement des procédés de digestion anaérobie en priorité sur les sites traitants des intrants riches en azote et en soufre.
- [0012] Actuellement, plusieurs méthodes de gestion de ces composés et de la baisse de productivité du procédé qui en résulte sont utilisées, ces méthodes sont :
- [0013] - la diminution du débit d'alimentation en fonction d'un paramètre de suivi du biogaz ou du digestat tel que la concentration en acides organiques. Elle consiste à baisser la charge de l'intrant du digesteur lorsque le paramètre de suivi indique une potentielle inhibition et ainsi augmenter le temps de séjour hydraulique du procédé ;

- [0014] – la diminution de la concentration de l'intrant du digesteur en diluant à l'eau par exemple. Cette méthode consiste à ajuster la concentration en azote et en soufre en entrée du digesteur à partir de seuils prédéfinis ;
- [0015] – l'ajustement de la qualité de l'intrant du digesteur en ajustant les quantités des différents intrants disponibles afin d'alimenter le digesteur avec un mélange sans excès d'azote et/ou de soufre, à partir de seuils prédéfinis. Cette méthode est réalisée dans des cas de co-digestion ; et,
- [0016] – l'ajout de réactifs au sein du digesteur pour réguler les phénomènes physico-chimiques et/ ou biologiques. Par exemple, des réactifs contenant du fer peuvent être ajoutés pour faire précipiter le soufre présent dans le digesteur et limiter la concentration en sulfure d'hydrogène.
- [0017] Cependant, parmi toutes les méthodes utilisées actuellement, aucune ne prend la température comme variable d'ajustement du digesteur influant sur les inhibiteurs et par conséquent sur la croissance des microorganismes.
- [0018] En effet, lors du dimensionnement et de la construction du digesteur les températures sont le plus souvent fixées a priori et elles ne sont généralement pas modifiées lors de l'opération.
- [0019] Or, la température optimale de croissance des microorganismes lors de la digestion anaérobie n'est pas nécessairement identique en présence ou absence de composés inhibiteurs.
- [0020] Ainsi, il existe un besoin d'une méthode d'identification des températures optimales d'un procédé de digestion anaérobie en fonction de la quantité d'inhibiteurs et des microorganismes présents dans le milieu pour effectuer un dimensionnement et une commande optimale du procédé.
- [0021] On propose un procédé de calcul d'un paramètre de fonctionnement d'un digesteur adapté pour produire un digestat et du biogaz, contenant du méthane, ledit procédé comprenant les étapes suivantes :
- Une étape de définition d'une gamme de concentration d'un intrant du digesteur et d'une gamme de température de fonctionnement de l'opération ;
 - Une étape d'estimation préliminaire d'une concentration intermédiaire en fonction de la gamme de concentration de l'intrant du digesteur définie ; ladite concentration intermédiaire estimée étant définie comme étant la concentration d'un composé inhibiteur ou la somme des concentrations de plusieurs composés dont au moins un composé inhibiteur ;
 - Une étape de détermination du pH au sein du digesteur sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition, et en fonction de la concentration intermédiaire estimée au cours de l'étape d'estimation préliminaire ;
 - Une étape d'estimation d'une concentration d'au moins un composé inhibiteur

présent au sein du digesteur sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition, et en fonction du pH déterminé au sein du digesteur et de la concentration intermédiaire estimée lors de l'étape d'estimation préliminaire ;

- Une étape d'identification d'un ou plusieurs microorganismes présentant une cinétique limitante présents dans le digesteur ;

- Une étape de prédiction du taux de croissance maximal du ou des microorganismes déterminés sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition et de la concentration d'au moins un composé inhibiteur estimé au cours de l'étape d'estimation ;

- Une étape d'identification de la charge maximale admissible dans le digesteur en fonction du taux de croissance maximal prédit, du ou des microorganismes identifiés, de la gamme de température de fonctionnement définie au cours de l'étape de définition et de la gamme de concentration d'un intrant du digesteur défini ; et

- Une étape de calcul dudit paramètre de fonctionnement du digesteur en fonction la charge maximale admissible identifiée.

[0022] Un avantage est ainsi de proposer un procédé de calcul de fonctionnement d'un digesteur prenant en compte l'influence d'un ou plusieurs inhibiteurs.

[0023] Avantageusement et de manière limitative, la gamme de température de fonctionnement de l'opération est comprise entre 10 et 70°C.

[0024] Un avantage est que la gamme de température est assez grande pour couvrir une large gamme de température de fonctionnement du digesteur.

[0025] Avantageusement et de manière limitative, lorsque la concentration de l'intrant du digesteur est imposée, la gamme de concentration de l'intrant est réduite à la concentration de l'intrant imposée.

[0026] Un avantage est d'effectuer le calcul en prenant en compte les conditions d'opération du digesteur.

[0027] Un avantage est d'effectuer le calcul dans le cas où au moins un composé inhibiteur présent dans le digesteur est l'ammoniac (NH_3) et/ou l'ion ammonium (NH_4^+).

[0028] Un avantage est d'effectuer le calcul en prenant en compte au moins un composé inhibiteur connu et souvent présent dans un digesteur.

[0029] Un avantage est d'effectuer le calcul dans le cas où au moins un composé inhibiteur présent dans le digesteur est le sulfure d'hydrogène (H_2S) et/ou l'ion hydrogénosulfure (HS^-).

[0030] Un avantage est d'effectuer le calcul en prenant en compte au moins un composé inhibiteur connu et souvent présent dans un digesteur.

[0031] Un avantage est d'effectuer le calcul dans le cas où au moins un composé inhibiteur présent dans le digesteur est un métal lourd.

[0032] Un avantage est d'effectuer le calcul en prenant en compte au moins un composé in-

hibiteur connu et souvent présent dans un digesteur.

- [0033] L'invention concerne également un dispositif de calcul d'un paramètre de fonctionnement d'un digesteur adapté pour produire un digestat et du biogaz, contenant du méthane, en présence d'au moins un inhibiteur, ledit dispositif de calcul comprenant :
- Des moyens de définition d'une gamme de concentration d'un intrant du digesteur et d'une gamme de température de fonctionnement de l'opération ;
 - Des moyens d'estimation préliminaire d'une concentration intermédiaire en fonction de la gamme de concentration de l'intrant du digesteur défini ; ladite concentration intermédiaire estimée étant définie comme étant la concentration d'un composé inhibiteur ou la somme des concentrations de plusieurs composés dont au moins un composé inhibiteur ;
 - Des moyens de détermination du pH au sein du digesteur sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition, et en fonction de la concentration intermédiaire estimée au cours de l'étape d'estimation préliminaire ;
 - Une étape d'estimation d'une concentration d'au moins un composé inhibiteur présent au sein du digesteur sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition, et en fonction du pH déterminé au sein du digesteur et de la concentration intermédiaire estimée lors de l'étape d'estimation préliminaire ;
 - Des moyens d'identification d'un ou plusieurs microorganismes ayant une cinétique limitante présents dans le digesteur,
 - Des moyens de prédiction du taux de croissance maximal du ou des microorganismes déterminés sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition et de la concentration d'au moins un composé inhibiteur estimé au cours de l'étape d'estimation ;
 - Des moyens d'identification de la charge maximale admissible dans le digesteur en fonction du taux de croissance maximal prédit, du ou des microorganismes identifiés, de la gamme de température de fonctionnement définie au cours de l'étape de définition et de la gamme de concentration d'un intrant du digesteur défini ; et
 - Des moyens de calcul d'un paramètre de fonctionnement du digesteur en fonction la charge maximale admissible identifiée.
- [0034] Le dispositif selon l'invention comprend ici un ordinateur, ou plus généralement au moins un processeur ou tout autre type de calculateur numérique.
- [0035] Le dispositif peut aussi comprendre une pluralité de processeurs ou calculateurs numériques distincts, formant différents moyens du dispositif, coopérant les uns avec les autres.
- [0036] D'autres particularités et avantages de l'invention ressortiront à la lecture de la description faite ci-après d'un mode de réalisation particulier de l'invention, donné à titre indicatif, mais non limitatif, en référence aux dessins annexés sur lesquels :

- [0037] - [Fig.1] est un organigramme du procédé de calcul selon l'invention ;
- [0038] - [Fig.2] est une courbe illustrant la relation empirique entre le pH et l'azote ammoniacal total présent dans un digesteur dans le cas d'une mise en œuvre de l'invention ;
- [0039] - [Fig.3] est une carte de chaleur illustrant la relation entre la concentration de NH_3 dans le digesteur (couleur) en fonction de la siccité de la boue d'alimentation (abscisse) et de la température d'opération (ordonnée) dans le cas d'une mise en œuvre de l'invention ;
- [0040] - [Fig.4] est une carte de chaleur illustrant la relation entre le taux de croissance du microorganisme cinétiquement limitant en fonction de la siccité de la boue d'alimentation et de la température d'opération dans le cas d'une mise en œuvre de l'invention ;
- [0041] - [Fig.5] est une carte de chaleur illustrant la relation entre la charge maximale applicable au digesteur en fonction de la siccité de la boue d'alimentation et de la température d'opération dans le cas d'une mise en œuvre de l'invention ;
- [0042] Le procédé de calcul selon l'invention vise à calculer un paramètre de fonctionnement d'un digesteur, alimenté par un intrant tel que des boues de station d'épuration et produisant en sortie un digestat et du biogaz composé essentiellement de méthane et de dioxyde de carbone.
- [0043] Le procédé de calcul selon l'invention est également applicable pour le calcul d'un paramètre de fonctionnement d'un procédé biologique tel que la fermentation par des communautés microbiennes.
- [0044] Chaque digesteur, de par la composition de l'intrant ou des réactions anaérobies impliqués, présente des performances différentes et par conséquent des conditions opératoires optimales différentes.
- [0045] En calculant, les conditions opératoires optimales, le procédé pourra être conçu et/ou opéré de sorte à obtenir un rendement et une productivité maximaux en biogaz.
- [0046] En référence à la [Fig.1], le procédé de calcul 1 comprend une première étape de définition 2 d'une gamme de concentration d'un intrant du digesteur et d'une gamme de température de fonctionnement de l'opération.
- [0047] La définition d'une gamme de concentration d'un intrant du digesteur dépend des contraintes d'opérations du site. La concentration de l'intrant en matière sèche aussi appelé la siccité de l'intrant du digesteur est mesurée en termes de pourcentage de matière sèche qui est un indicateur de déshydratation des boues utilisé comme intrant du digesteur.
- [0048] Le pourcentage de matière sèche est le ratio entre la masse de la matière sèche et la masse de la matière brute. Les boues de l'intrant du digesteur peuvent par exemple comprendre entre $0\%_{\text{MS}}$ et $25\%_{\text{MS}}$ de matière sèche.

- [0049] La définition de la gamme de concentrations dépend des contraintes d'opération du site :
- [0050] - si le site existe et est en opération, la gamme de concentration correspond à la gamme de concentration de travail de l'intrant en sortie du procédé de prétraitement.
- [0051] - si le site existe et va être mis en route ou bien qu'un nouvel intrant est utilisé alors la gamme de concentration sera choisie en fonction de sa caractérisation. La gamme sera comprise entre sa concentration maximale et en-dessous.
- [0052] - si le calcul est réalisé lors du design de site alors la gamme de concentration choisie pourra être plus large tout en se limitant à une valeur hypothétique d'une concentration maximale de l'intrant.
- [0053] Dans autre mode de réalisation, si une concentration de l'intrant du digesteur est imposée dans le procédé alors la gamme de concentration sera réduite à la concentration de l'intrant imposée.
- [0054] Quant à la gamme de température à définir, elle peut couvrir différentes zones de température de fonctionnement. La zone dite psychrophile avec une température comprise entre 0°C et 20°C, la zone dite mésophile avec une température comprise entre 20°C et 40°C, la zone dite thermophile avec une température comprise entre 40°C et 60°C et la zone dite hyperthermophile avec une température comprise entre 60°C et 80°C.
- [0055] De la même manière que pour la définition de la gamme de concentration, la définition de la gamme de température de fonctionnement du digesteur dépend des contraintes d'opération du site :
- [0056] - si le site existe et est en opération, la gamme de température correspond à la gamme de température de travail du procédé.
- [0057] - si le site existe et va être mis en route ou bien qu'un nouvel intrant est utilisé alors la gamme de concentration sera choisie en fonction de la température de l'intrant en sortie du procédé de prétraitement où d'une gamme de température de travail prédéterminé.
- [0058] - si le calcul est réalisé lors du design de site alors la gamme de température choisie pourra être plus large tout en se limitant à une valeur hypothétique d'une température maximale prédéterminée.
- [0059] Dans un autre mode de réalisation, la gamme de température de fonctionnement du procédé est comprise entre 10 et 70°C.
- [0060] Le procédé de calcul 1 comprend ensuite une deuxième étape d'estimation préliminaire 3 d'une concentration intermédiaire en fonction de la gamme de concentration de l'intrant du digesteur définie.
- [0061] Dans un premier mode de réalisation, la concentration intermédiaire correspond à la concentration d'un composé inhibiteur.

- [0062] Les composés inhibiteurs sont des composés affectant certains groupes de microorganismes présents au sein du digesteur. Ainsi si la concentration de ces composés augmente alors la productivité du digesteur va grandement diminuer.
- [0063] Les composés inhibiteurs les plus courants sont le sulfure d'hydrogène (H_2S) ou l'ion hydrogénosulfure (HS^-), mais aussi l'ammoniac (NH_3) ou l'ion ammonium (NH_4^+). D'autres composés inhibiteurs peuvent être présents dans le digesteur tel que par exemple des métaux lourds.
- [0064] On peut notamment citer à titre d'exemple les publications suivantes qui présentent des composés inhibiteurs pouvant être présents dans le digesteur :
- [0065] – *Ying Jiang, and al. Ammonia inhibition and toxicity in anaerobic digestion: A critical review. Journal of Water Process Engineering, 2019.*
- [0066] – *Qian Guoa, and al. Heavy metals interact with the microbial community and affect biogas production in anaerobic digestion: A review. Journal of Environment Management, 2019.*
- [0067] – *Hang P. Vu, and al. Hydrogen sulphide management in anaerobic digestion: A critical review on input control, process regulation, and post-treatment. Bioresource Technology, 2021.*
- [0068] Par exemple, si l'on prend un métal lourd tel que le mercure ou le plomb, la concentration intermédiaire est calculé pour ce composé inhibiteur en fonction de la gamme de concentration de l'intrant du digesteur définie.
- [0069] Cependant, la concentration intermédiaire ne correspond pas à la concentration réelle de ce composé dans le digesteur car certains paramètres comme le pH par exemple influencent la concentration de ce composé inhibiteur. Il y a donc une variation entre la concentration calculable par la concentration de l'intrant du digesteur et la concentration de ce composé dans le digesteur.
- [0070] Ainsi, la concentration intermédiaire calculée dans ce mode de réalisation va être utilisée lors de l'étape suivante pour déterminer le pH au sein du digesteur.
- [0071] Dans un second mode de réalisation, la concentration intermédiaire correspond à la somme des concentrations de plusieurs composés dont au moins un composé inhibiteur.
- [0072] En effet, la concentration de certains composés inhibiteurs ne peut pas être calculée directement avec la concentration de l'intrant du digesteur mais nécessite d'autres paramètres notamment le pH. C'est notamment le cas pour l'ammoniac (NH_3) ou l'ion ammonium (NH_4^+) par exemple.
- [0073] Ainsi, si on prend l'exemple de l'ammoniac (NH_3), on estime, lors de cette étape d'estimation préliminaire 3, la concentration en azote ammoniacal total ($N-NH_4$) à partir de la concentration de l'intrant. La concentration en azote ammoniacal total estimée va être utilisée lors de l'étape suivante pour déterminer le pH au sein du

digesteur.

- [0074] Le procédé de calcul 1 comprend ainsi une troisième étape de détermination 4 du pH au sein du digesteur sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition, et en fonction de la concentration intermédiaire estimée au cours de l'étape d'estimation préliminaire.
- [0075] Cette étape a pour but de déterminer le pH qui permet d'équilibrer toutes les réactions acides bases qui peuvent se dérouler au sein du digesteur. C'est pourquoi au moins un des composés dont la concentration intermédiaire est estimée appartient à un couple acides-bases quel que soit le mode de réalisation réalisé.
- [0076] Le pH au sein du digesteur n'est pas forcément homogène. L'homme du métier sera donc libre de faire l'hypothèse d'un réacteur infiniment mélangé pour un pH homogène ou par exemple l'hypothèse d'un réacteur piston pour un pH évolutif.
- [0077] La détermination du pH peut être réalisée à partir d'abaques produites à partir de mesures expérimentales ou trouvées dans la littérature.
- [0078] Alternativement, elle peut être déterminée par calcul soit en réalisant des calculs simplifiés en effectuant plusieurs hypothèses soit en utilisant un logiciel de calculs puissants prenant en compte plusieurs facteurs tel que la précipitation de certains composés par exemple.
- [0079] On peut notamment citer à titre d'exemple le livre suivant qui présente un programme informatique conçu pour effectuer une grande variété de calculs géochimiques aqueux et mettant en œuvre plusieurs types de modèles aqueux :
- [0080] *Parkhurst, D.L., and Appelo, C.A.J. Description of input and examples for PHREEQC version 3—A computer program for speciation, batch-reaction, one-dimensional transport, and inverse geochemical calculations. U.S. Geological Survey Techniques and Methods, 2013.*
- [0081] Toutefois l'homme du métier sera libre, de sélectionner la méthode de détermination qui lui convient.
- [0082] Le procédé de calcul 1 comprend ensuite une quatrième étape d'estimation 5 d'une concentration d'au moins un composé inhibiteur présent au sein du digesteur sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition, et en fonction du pH déterminé au sein du digesteur et de la concentration intermédiaire estimé lors de l'étape d'estimation préliminaire.
- [0083] Ainsi, si on prend pour exemple l'ammoniac (NH_3), le pH permettra de déterminer la concentration en NH_3 par rapport à la concentration en azote ammoniacal total soit la part de NH_3 par rapport au total d'azote ammoniacal présent au sein du digesteur.
- [0084] On peut notamment citer à titre d'exemple la publication suivante qui présente notamment des exemples de gamme de concentrations d'ammoniac dans un digesteur. La concentration en ammoniac peut donc être comprise entre 0 mg/L et 1500 mg/L:

- [0085] G. Capson-Tojo, R. Moscoviz, S. Astals, Robles, J.-P. Steyer. *Unraveling the literature chaos around free ammonia inhibition in anaerobic digestion. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 2020.*
- [0086] Le procédé de calcul 1 comprend ensuite une cinquième étape d'identification 6 d'un ou plusieurs microorganismes présentant une cinétique limitante présents dans le digesteur.
- [0087] Dans le digesteur, plusieurs espèces de microorganismes peuvent être présentes telles que des archées méthanogènes hydrogénotrophes, des archées méthanogènes acéto-clastes ou encore des bactéries syntrophiques oxydant le propionate ou l'acétate.
- [0088] Les espèces de microorganismes se développant dans le digesteur n'ont pas la même vitesse de croissance. Ainsi certaines espèces présenteront une cinétique limitante car elles auront une vitesse de croissance plus faible que certaines autres espèces limitant ainsi la vitesse de la réaction globale du digesteur.
- [0089] Le but de cette étape est donc d'identifier la ou les espèces de microorganismes présentant une cinétique limitante pour le calcul d'un paramètre de fonctionnement puisque ce sont ces espèces qui vont limiter la réaction.
- [0090] L'identification du ou des microorganismes présentant une cinétique limitante peut être réalisée de plusieurs manières, soit à partir de bases de données réalisées ou trouvées dans la littérature, soit par expérience en s'appuyant sur des données déterminées aux étapes précédentes.
- [0091] On entend par expérience le fait qu'après plusieurs applications de cette étape, l'homme du métier aura suffisamment de données et d'expériences pour choisir le ou les microorganismes limitant en fonction des différentes données issues des étapes précédentes.
- [0092] Un exemple de microorganismes présentant une cinétique limitante est la bactérie *Methanosarcina barkeri* qui est cité notamment dans l'article suivant :
- [0093] Gloria M. Maestrojuan and David R. Boone. *Characterization of Methanosarcina barkeri MST and 227, Methanosarcina mazei S-6T, and Methanosarcina vacuolata Z-76I. International Journal of Systematic Bacteriology, 1991.*
- [0094] Ensuite, le procédé de calcul comprend une sixième étape de prédiction 7 du taux de croissance maximal du ou des microorganismes limitants déterminés sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition et de la concentration d'au moins un composé inhibiteur estimé au cours de l'étape d'estimation.
- [0095] En effet, dans le digesteur, la croissance des microorganismes dépend essentiellement de la température, du pH et de la concentration en composé inhibiteur. Ces facteurs vont plus ou moins ralentir ou accélérer la réaction. Il faut donc prendre en compte la dépendance de la croissance des microorganismes par rapport à ces facteurs pour choisir les conditions opératoires optimales du procédé.

- [0096] La dépendance du taux de croissance suivant ces facteurs peut être modélisée par des modèles mathématiques. Ils sont largement décrits dans la littérature pour beaucoup de microorganismes connus et présents dans des digesteurs.
- [0097] On peut notamment citer par exemple l'article suivant : *I. Angelidaki, L. Ellegaard, and B.K. Ahring. A Mathematical Model for Dynamic Simulation of Anaerobic Digestion of Complex Substrates: Focusing on Ammonia Inhibition. Biotechnology and Bioengineering, 1993.*
- [0098] Cet article présente un modèle mathématique du taux de croissance de 4 groupes de microorganismes (les acidogènes fermentant le glucose, les acétogènes dégradant le propionate, les acétogènes dégradant le butyrate, et les méthanogènes acétiques) en fonction du pH, de la température et de l'inhibition de l'ammoniac.
- [0099] On peut également citer comme exemple l'article suivant : *Batstone, D.J., Keller, J., Angelidaki, I., Kalyuzhnyi, S.V., Pavlostathis, S.G., Rozzi, A., Sanders, W.T.M., Siegrist, H., Vavilin, V.A., 2002. The IWA Anaerobic Digestion Model No 1 (ADM1). Water Science and Technology, 2002.*
- [0100] Cet article, quant à lui, introduit le modèle ADM1, une référence internationale dans le métier, qui est un modèle dynamique permettant de simuler les phénomènes régissant les différentes étapes de la digestion anaérobie en intégrant un grand nombre de facteurs ayant une influence sur les différentes cinétiques notamment le taux de croissance de microorganismes.
- [0101] Une fois les taux de croissance déterminés en fonction des différents facteurs, on prédit le taux de croissance maximal du ou des microorganismes limitants identifiés à l'étape précédente dans le digesteur par l'étude de cette fonction en identifiant son optimum.
- [0102] Le procédé de calcul comprend une septième étape d'identification 8 de la charge maximale admissible dans le digesteur en fonction du taux de croissance maximale prédit du ou des microorganismes identifiés, de la gamme de température de fonctionnement définie au cours de l'étape de définition et de la gamme de concentration d'un substrat de méthanisation déterminée.
- [0103] La charge maximale admissible dans le digesteur peut être identifiée en fonction des différents paramètres déjà connus dans le digesteur.
- [0104] Par exemple pour un réacteur continu infiniment mélangé, le taux de croissance maximal d'un microorganisme peut être directement lié au taux de dilution du réacteur. On peut alors identifier la charge maximale admissible du digesteur en fonction de la siccité de l'intrant du digesteur et de la température de fonctionnement.
- [0105] Enfin, le procédé de calcul 1 comprend une dernière étape de calcul 9 du paramètre de fonctionnement du digesteur en fonction de la charge maximale admissible identifiée.

- [0106] Ce paramètre de fonctionnement du procédé peut être la concentration de l'intrant, le temps de séjour ou le débit de l'intrant dans le procédé ou la température.
- [0107] Si le procédé de calcul 1 est réalisé pour un site déjà existant alors, le paramètre sera choisi en fonction des contraintes de ce procédé. Par exemple, la concentration de l'intrant peut être modifiée en le diluant avant l'entrée dans le réacteur.
- [0108] Si le procédé de calcul 1 est réalisé pendant l'étape de design alors il convient de choisir le paramètre en fonction d'une marge de sécurité prédéterminée, des contraintes du site sur lequel sera implanté le procédé, ou encore suivant des contraintes technico-économiques prenant en compte par exemple les matériaux à utiliser et la taille des équipements.
- [0109] L'exemple présenté ci-après est une application du procédé de calcul sur le dimensionnement d'un digesteur traitant des boues de station d'épuration.
- [0110] Tout d'abord, lors de l'étape de définition 1, on définit une gamme de concentration d'un intrant du digesteur comprise entre 4 et 8%_{MS} et une gamme de température de fonctionnement de l'opération comprise entre 30°C et 45°C.
- [0111] Ensuite, lors de l'étape d'estimation préliminaire 2, on estime pour la gamme de concentration définie à l'étape 1, une concentration intermédiaire correspond à l'azote ammoniacal total (somme de la concentration en NH_4^+ et NH_3) comprise entre 1,5 et 3 gN.L⁻¹.
- [0112] Cette concentration a été déterminée sur la base d'un test de potentiel de minéralisation de l'azote pour cette boue. Les données ont été tirées de l'article *Bareha et al., Modélisation des processus de transformation de l'azote en digestion anaérobie. Application à l'optimisation de la valorisation des digestats, 2018.*
- [0113] L'étape de détermination 3 du pH au sein du digesteur est réalisée à partir d'un abaque présenté à la [Fig.2] qui présente la relation entre le pH et l'azote ammoniacal total dans un digesteur. Cette donnée est tirée de mesures expérimentales.
- [0114] Le résultat de l'étape 4 correspondant à l'estimation de la concentration en composé inhibiteur ici l'ammoniac (NH_3) est présenté à la [Fig.3] sous la forme d'une carte de chaleur de la concentration de NH_3 dans le digesteur en fonction de la concentration de l'intrant du digesteur et de la température de fonctionnement de l'opération. La méthode d'estimation de la concentration en ammoniac est tirée de l'article *Capson-Tojo et al., 2020* cité précédemment.
- [0115] Dans ces conditions, selon l'article *Capson-Tojo et al., 2020*, la phase limitante est la méthanogénèse acétoclaste. On peut ainsi identifier à l'étape 5, le microorganisme *Methanosaeta concilii* comme ayant une cinétique limitante. Il fait partie des archées méthanogènes acétoclastes qui sont des microorganismes typiquement présents dans un digesteur de boues de station d'épuration.
- [0116] La description de ce microorganisme est faite dans l'article (Patel and Sprott, 1990),

cela permet de réaliser l'étape 6 du procédé de calcul. On peut alors connaître la dépendance de son taux de croissance maximal en fonction de la température et du pH. De plus, une dépendance du taux de croissance en fonction de la concentration de NH_3 peut être représentée par une fonction d'inhibition non-compétitive, telle que proposée dans le modèle ADM1 (Batstone et al., 2002), en utilisant une valeur d'IC50 telle que rapportée dans la littérature (Capson-Tojo et al., 2020).

[0117] On peut alors déduire le taux de croissance maximal de ce microorganisme, présenté sur la [Fig.4], en fonction de la siccité de la boue d'alimentation du digesteur et de la température.

[0118] En supposant que le réacteur soit une cuve agitée en continu, le taux de croissance de ce microorganisme est lié au taux de dilution du réacteur. Ainsi, la charge maximale admissible est identifiée, étape 7, en fonction de la concentration de l'intrant du digesteur et de la température de fonctionnement de l'opération. La charge maximale admissible est représentée sur la [Fig.5].

[0119] Enfin, les microorganismes ne fonctionnant en pratique jamais à leur taux de croissance maximal, il convient d'appliquer un coefficient de sécurité pour le dimensionnement du digesteur. En prenant un coefficient de sécurité de 3, on obtient alors une charge optimale à appliquer au digesteur de 2,15 kgMS/m³/j obtenue pour une température de travail de 35°C et une concentration de l'intrant de 4,8%_{MS}.

Revendications

- [Revendication 1] Procédé de calcul d'un paramètre de fonctionnement d'un digesteur adapté pour produire un digestat et du biogaz, contenant du méthane, ledit procédé comprenant les étapes suivantes :
- Une étape de définition d'une gamme de concentration d'un intrant du digesteur et d'une gamme de température de fonctionnement de l'opération ;
 - Une étape d'estimation préliminaire d'une concentration intermédiaire en fonction de la gamme de concentration de l'intrant du digesteur définie ; ladite concentration intermédiaire estimée étant définie comme étant la concentration d'un composé inhibiteur ou la somme des concentrations de plusieurs composés dont au moins un composé inhibiteur ;
 - Une étape de détermination du pH au sein du digesteur sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition, et en fonction de la concentration intermédiaire estimée ;
 - Une étape d'estimation d'une concentration d'au moins un composé inhibiteur présent au sein du digesteur sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition, et en fonction du pH déterminé au sein du digesteur et de la concentration intermédiaire estimé lors de l'étape d'estimation préliminaire;
 - Une étape d'identification d'un ou plusieurs microorganismes présentant une cinétique limitante présents dans le digesteur ;
 - Une étape de prédiction du taux de croissance maximal du ou des microorganismes déterminés sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition et de la concentration d'au moins un composé inhibiteur estimé au cours de l'étape d'estimation ;
 - Une étape d'identification de la charge maximale admissible dans le digesteur en fonction du taux de croissance maximal prédit, du ou des microorganismes identifiés, de la gamme de température de fonctionnement définie au cours de l'étape de définition et de la gamme de concentration d'un intrant du digesteur défini ; et
 - Une étape de calcul dudit paramètre de fonctionnement du digesteur en fonction la charge maximale admissible identifiée.
- [Revendication 2] Procédé de calcul selon la revendication 1 caractérisé en ce que la gamme de température de fonctionnement de l'opération est comprise entre 10 et 70°C.
- [Revendication 3] Procédé de calcul selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que

lorsque la concentration de l'intrant du digesteur est imposée, la gamme de concentration de l'intrant est réduite à la concentration de l'intrant imposée.

- [Revendication 4] Procédé de calcul selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce au moins un composé inhibiteur présent dans le digesteur est l'ammoniac (NH_3) et/ou l'ion ammonium (NH_4^+).
- [Revendication 5] Procédé de calcul selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'au moins un composé inhibiteur présent dans le digesteur est le sulfure d'hydrogène (H_2S) et/ou l'ion hydrogénosulfure (HS^-).
- [Revendication 6] Procédé de calcul selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'au moins un composé inhibiteur est un métal lourd.
- [Revendication 7] Dispositif de calcul d'un paramètre de fonctionnement d'un digesteur en présence d'inhibiteur adapté pour produire un digestat et du biogaz, contenant du méthane, ledit dispositif de calcul comprenant :
- Des moyens de définition d'une gamme de concentration d'un intrant du digesteur et d'une gamme de température de fonctionnement de l'opération ;
 - Des moyens d'estimation préliminaire d'une concentration intermédiaire en fonction de la gamme de concentration de l'intrant du digesteur défini ; ladite concentration intermédiaire estimée étant définie comme étant la concentration d'un composé inhibiteur ou la somme des concentrations de plusieurs composés dont au moins un composé inhibiteur ;
 - Des moyens de détermination du pH au sein du digesteur sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition, et en fonction de la concentration intermédiaire estimée au cours de l'étape d'estimation préliminaire ;
 - Des moyens d'estimation d'une concentration d'au moins un composé inhibiteur présent au sein du digesteur sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition, et en fonction du pH déterminé au sein du digesteur et de la concentration intermédiaire estimée lors de l'étape d'estimation préliminaire;
 - Des moyens d'identification d'un ou plusieurs microorganismes ayant une cinétique limitante présents dans le digesteur,
 - Des moyens de prédiction du taux de croissance maximal du ou des microorganismes déterminés sur toute la gamme de température définie au cours de l'étape de définition et de la concentration d'au moins un

composé inhibiteur estimé au cours de l'étape d'estimation ;

- Des moyens d'identification de la charge maximale admissible dans le digesteur en fonction du taux de croissance maximal prédit, du ou des microorganismes identifiés, de la gamme de température de fonctionnement définie au cours de l'étape de définition et de la gamme de concentration d'un intrant du digesteur défini ; et
- Des moyens de calcul d'un paramètre de fonctionnement du digesteur en fonction la charge maximale admissible identifiée.

[Fig. 1]

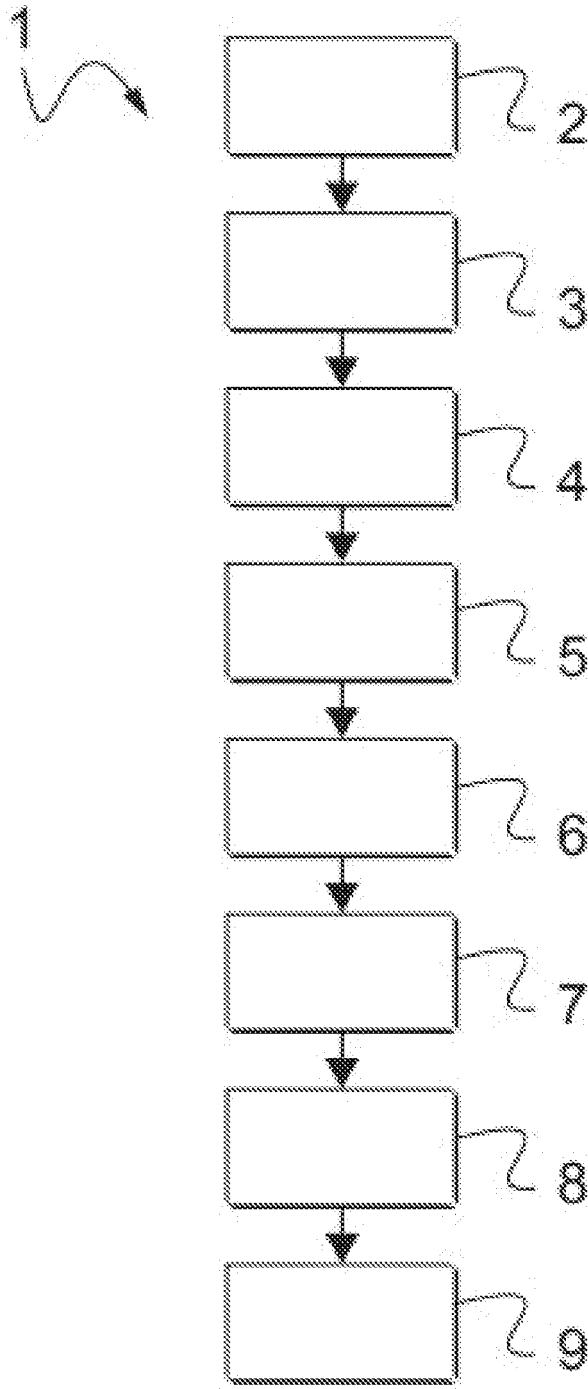
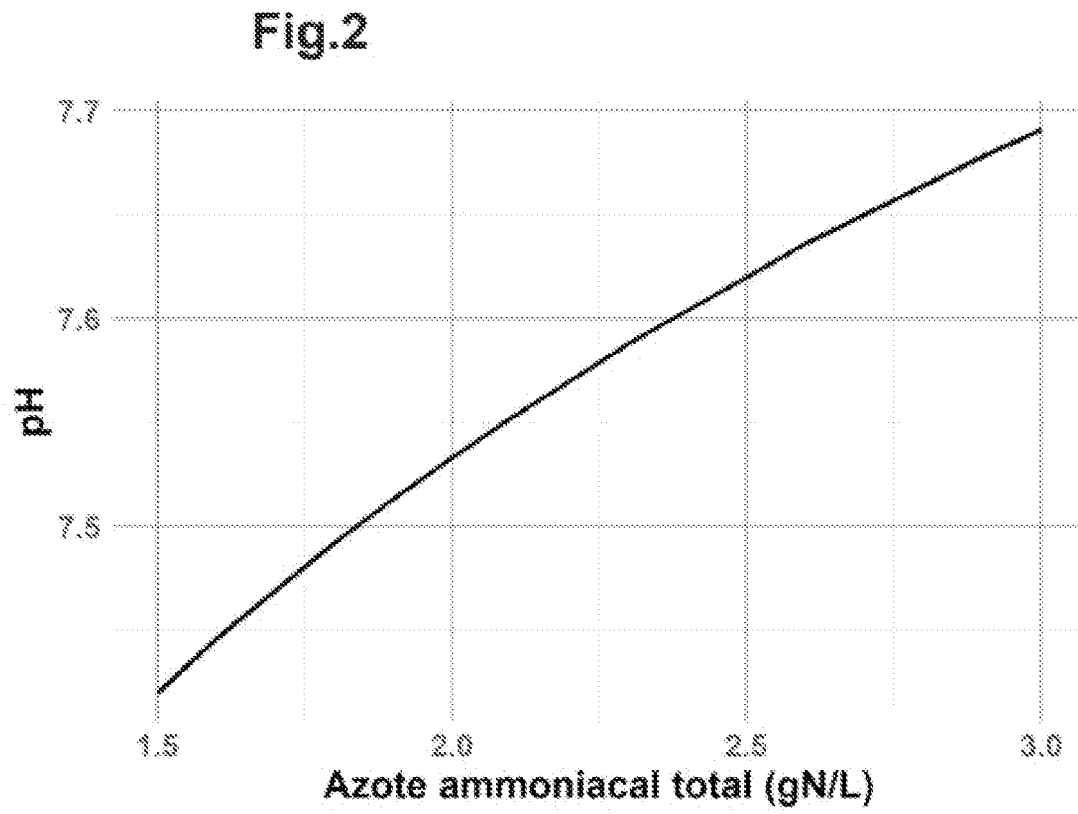
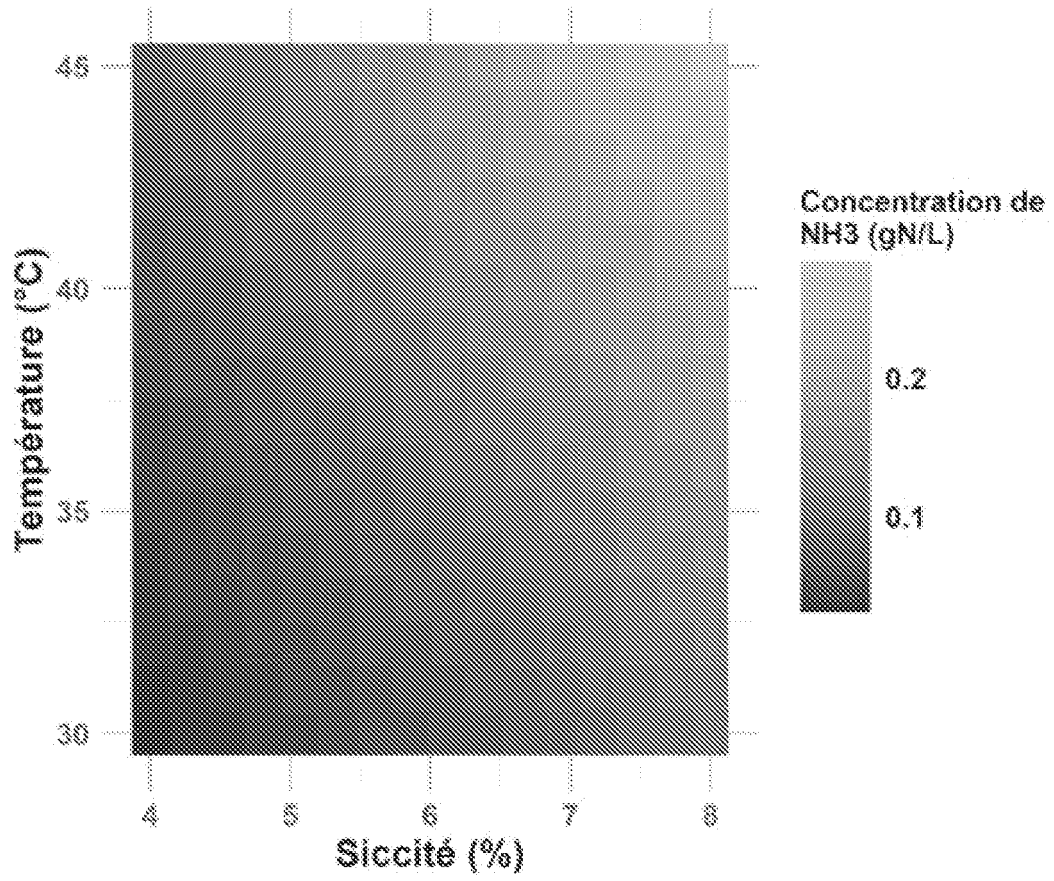


Fig.1

[Fig. 2]

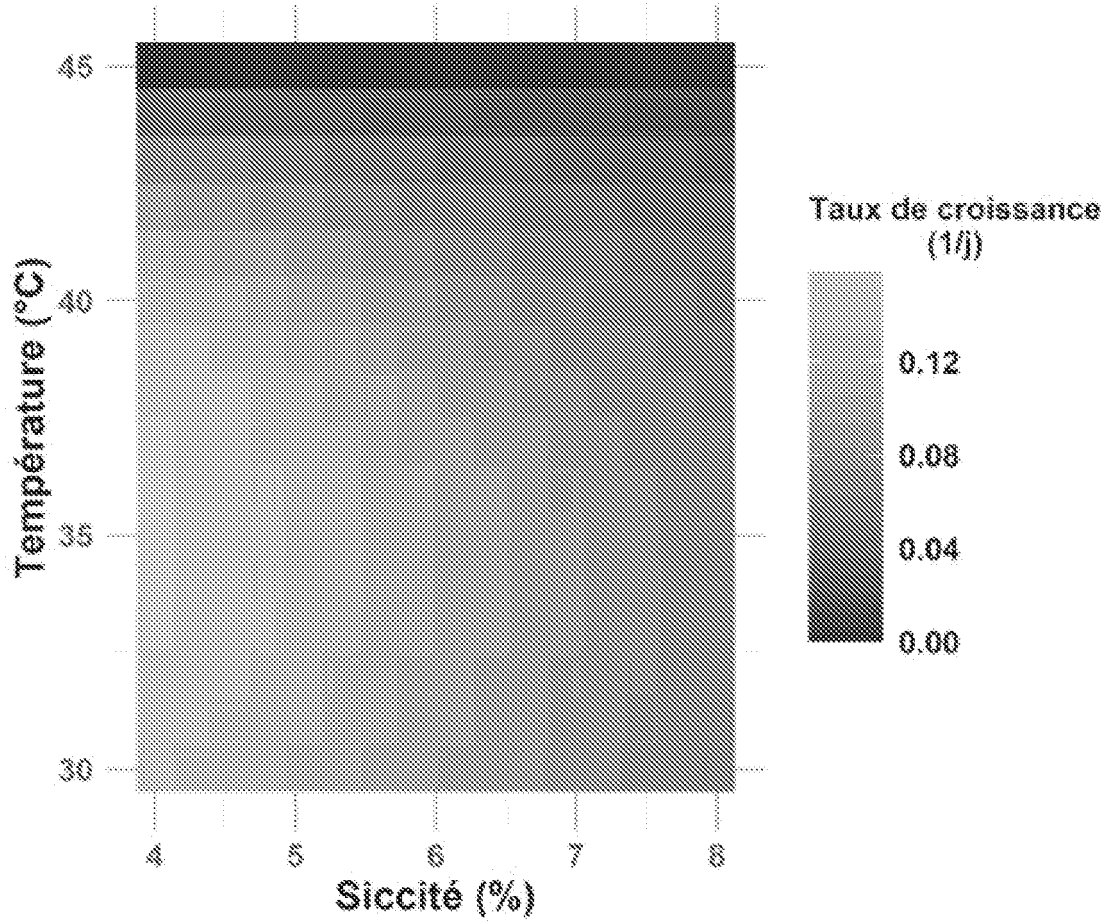


[Fig. 3]

Fig.3

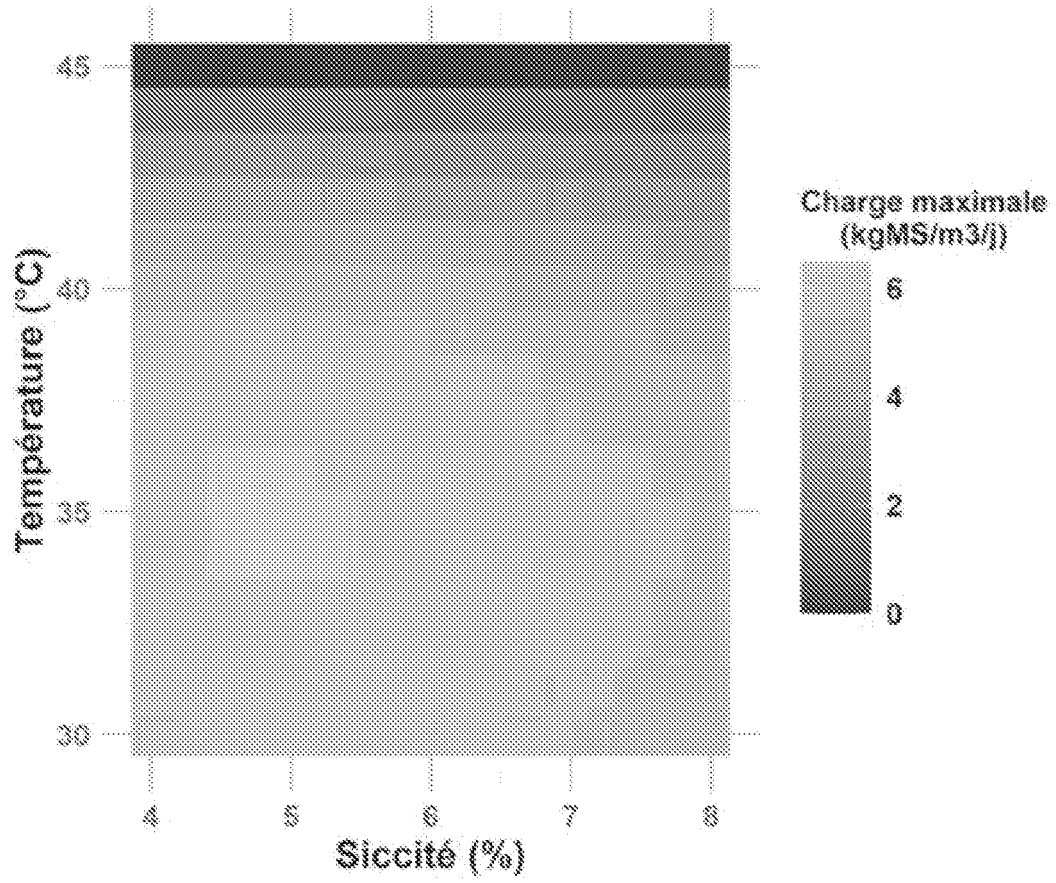
[Fig. 4]

Fig.4



[Fig. 5]

Fig.5



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 906621
FR 2203720

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	FR 2 687 166 A1 (VALORGA PROCESS SA [FR]) 13 août 1993 (1993-08-13) * page 1, lignes 1-5 * * page 2, ligne 31 - page 4, ligne 36 * * revendications 1-7 * -----	1-7	C12Q3/00 C12Q1/04 C12M1/36 C12M1/34 C02F11/04 C12P5/02
A	EP 3 205 629 A1 (BIOENTECH [FR]; INST NAT DE LA RECH AGRONOMIQUE (INRA) [FR]) 16 août 2017 (2017-08-16) * colonne 1, alinéa [0001] * * colonnes 2-3, alinéa [0009] * * colonne 3, alinéa [0016] - colonne 4, alinéa [0017] * * colonnes 7-8, alinéa [0037] * * colonne 12, alinéa [0059]-[0061] * * colonne 15, alinéa [0072] - colonne 16, alinéa [0081] * * revendications 1-13 * -----	1-7	
A	WO 2020/070111 A1 (INSTITUT NATIONAL DE RECHERCHE EN SCIENCES ET TECH POUR L'ENVIRONNEMENT) 9 avril 2020 (2020-04-09) * page 1, alinéa [0001] * * page 3, alinéa [0011] - page 4, alinéa [0020] * * page 7, alinéa [0031] - page 9, alinéa [0044] * * revendications 1-10 * -----	1-7	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) C12P C12M
A	EP 3 059 645 A1 (UNIV SANTIAGO COMPOSTELA [ES]) 24 août 2016 (2016-08-24) * page 1, alinéa [0001]-[0002] * * page 3, alinéa [0010]-[0011] * * revendications 1, 4 * -----	1-7	
		-/--	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
17 novembre 2022		Mateo Rosell, A	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 906621
FR 2203720

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	<p>FR 3 044 324 A1 (SUEZ ENVIRONNEMENT [FR]) 2 juin 2017 (2017-06-02) * page 1, lignes 1-4 * * page 3, ligne 10 – page 4, ligne 23 * * page 8, ligne 5 – page 13, ligne 26; revendication 1 *</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-7	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		17 novembre 2022	Mateo Rosell, A
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p>		<p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>	

2

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2203720 FA 906621**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **17-11-2022**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
FR 2687166	A1	13-08-1993	EP	0584327 A1	02-03-1994
			FR	2687166 A1	13-08-1993
			JP	H06509718 A	02-11-1994
			US	5470745 A	28-11-1995
			WO	9316169 A1	19-08-1993

EP 3205629	A1	16-08-2017	EP	3205629 A1	16-08-2017
			ES	2718984 T3	05-07-2019
			FR	3047562 A1	11-08-2017
			FR	3047582 A1	11-08-2017

WO 2020070111	A1	09-04-2020	FR	3086667 A1	03-04-2020
			WO	2020070111 A1	09-04-2020

EP 3059645	A1	24-08-2016	EP	3059645 A1	24-08-2016
			ES	2516615 A1	30-10-2014
			WO	2015055880 A1	23-04-2015

FR 3044324	A1	02-06-2017	AUCUN		
