

UNIVERSITE ASSANE SECK DE ZIGUINCHOR



UFR SCIENCES ET TECHNOLOGIES

Département de physique

**Mention** : Physique et Applications

**Mémoire de MASTER**

**Spécialité** : Energies Renouvelables et Efficacité Energétique

**Option** : Energie Solaire et Bioénergie

**ESSAIS DE CONCEPTION D'UN REACTEUR DE  
CARBONISATION HYDROTHERMALE (HTC) A  
L'UNIVERSITE ASSANE SECK DE  
ZIGUINCHOR DANS LE CADRE DU PROJET  
BIO4AFRICA**

Présenté et soutenu publiquement par

**Ndeye Gnagna NDIAYE**

Le 15/04/2023 devant le jury composé de :

<b>Nom Prénom</b>	<b>Grade</b>	<b>Qualité</b>	<b>Etablissement</b>
KOBOR Diouma	Professeur titulaire	Président de jury	UASZ
THIAO Serigne	Maître Assistant	Rapporteur	UASZ
BA Mamadou Seydou	Docteur/ Invité	Examineur	UASZ
DRAME Papa Elimane	Technicien Supérieur	Examineur	SCPL, SA
TINE Modou	Assistant	Examineur	UASZ
NDIAYE Lat Grand	Professeur titulaire	Directeur de recherches	UASZ

## Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens à exprimer ma gratitude et mes sincères remerciements à toutes les personnes qui ont contribué à sa réalisation.

Après avoir remercié Dieu le TOUT PUISSANT de m'avoir donnée la santé et la volonté d'entamer et de finir ce mémoire, j'exprime mes profonds remerciements les plus sincères à mon directeur de mémoire le Professeur Lat Grand NDIAYE pour son assistance, ses directives et ses conseils précieux et j'associe à ces remerciements le Dr Mamadou Seydou BA.

Je tiens aussi à exprimer toute ma gratitude aux membres du jury composé de : Pr Diouma KOBOR, Dr Sérigne THIAO, Dr Mamadou Seydou BA, Monsieur Papa Elimane DRAME et Dr Modou TINE pour avoir accepté d'évaluer ce modeste travail.

Mes remerciements s'adressent aussi à ma famille : mon papa Gora, ma maman Mame Faboye ainsi que mes frères et sœurs sans oublier mes oncles maternels Ousseynou et Saliou NDIAYE.

Je remercie également mes tuteurs la famille SANE et la famille LAMBAL, mention spéciale à Mme LAMBAL qui me considère comme sa fille et qui m'a beaucoup aidé durant mes deux années d'études.

Je tiens aussi à remercier toutes les personnes qui sont dans notre laboratoire LCPM, les professeurs, docteurs, techniciens, doctorants et mes promotionnaires de master.

Je ne pourrais finir sans remercier mes collègues et amis, car ils m'ont tous beaucoup aidée d'une façon ou d'une autre.

## Table des matières

Table des matières	
Remerciements .....	I
Table des matières .....	II
Table des figures .....	IV
Liste des tableaux .....	V
Abréviations .....	VI
Résumé .....	VII
Abstract .....	VIII
INTRODUCTION GENERALE.....	1
Chapitre I : Biomasse et Produits de la Carbonisation Hydrothermale.....	3
<b>I.1 Historique et définition</b> .....	4
<b>I.2 Biomasse</b> .....	6
<b>I.3 Produits et coproduits issus de la carbonisation hydrothermale</b> .....	6
<b>I-3-1 Produit solide : Hydrochar</b> .....	7
<b>I-3-2 Produits liquides</b> .....	13
<b>I-3-3 Produits gazeux</b> .....	14
<b>I.4. Différents types de réacteur HTC</b> .....	14
Chapitre II : Carbonisation Hydrothermale de la Biomasse.....	22
<b>II.1 Mécanisme et étapes de la HTC de la biomasse</b> .....	23
<b>II.2 Rôle de l'eau dans la réaction HTC</b> .....	25
<b>II.3 Effet des conditions opératoires sur le procédé HTC</b> .....	25
<b>II.3.1 Effet de la nature et de la composition de la biomasse</b> .....	26
<b>II.3.2 Effet de la température</b> .....	26
<b>II.3.3 Effet de la durée de traitement</b> .....	27
<b>II.3.4 Effet du rapport massique biomasse/eau</b> .....	27
<b>II.3.5 Effet de la pression</b> .....	27
<b>II.3.6 Effet du catalyseur</b> .....	28
Chapitre III : Essai de conception d'un réacteur de 20 litres de l'UASZ et résultats sur un réacteur de 2 litres de l'IHE .....	29
<b>III.1 Standards de conception du réacteur</b> .....	30
<b>III.2 Notes de calcul</b> .....	31
<b>III.3 Description du réacteur</b> .....	32

<b>III.4</b>	<b>Étapes de conception du réacteur de 20 L dans sa version zéro .....</b>	<b>36</b>
<b>III.5</b>	<b>Tentatives de certification du réacteur dans sa version zéro par VERITAS et test de démarrage.....</b>	<b>43</b>
<b>III.6</b>	<b>Résultats et discussion sur les essais du réacteur de 2 L de IHE.....</b>	<b>45</b>
<b>III.6.1</b>	<b>Cadre d'analyse expérimentale .....</b>	<b>45</b>
<b>III.6.2</b>	<b>Présentation de l'échantillon de typha testé.....</b>	<b>46</b>
<b>III.6.3</b>	<b>Configuration HTC .....</b>	<b>46</b>
<b>III.6.4</b>	<b>Plan d'expériences .....</b>	<b>47</b>
<b>III.7</b>	<b>Résultats .....</b>	<b>48</b>
	<b>ANNEXES .....</b>	<b>i</b>
1)	<b>Annexe 1 : Exemple de résultats de contrôle de soudure.....</b>	<b>i</b>
2)	<b>Annexe 2 : Procédure de production d'hydrochar sur un réacteur HTC.....</b>	<b>i</b>
3)	<b>Annexe 3 : technique d'analyse des produits du réacteur .....</b>	<b>ii</b>

## Table des figures

<b>FIGURE 1.2</b> : NOMBRE DE PUBLICATIONS SUR LA CARBONISATION HYDROTHERMALE DE 1972 A 2013 [10] .....	4
<b>FIGURE 1.1</b> : RESSOURCES DE LA BIOMASSE SECHE ET HUMIDE [2] .....	5
<b>FIGURE 1.3</b> : DISTRIBUTION DES PRODUITS ISSUS DE LA HTC .....	7
<b>FIGURE 1.4</b> : POTENTIELLES APPLICATIONS DE L'HYDROCHAR .....	9
<b>FIGURE 1.5</b> : BIOCHAR UTILISE COMME AMENDEMENT DU SOL [14] .....	10
<b>FIGURE 1.6</b> : COMPARAISON DU DIAGRAMME DE TRANSFERT DE CARBONE DES GLUCIDES PROVENANT DE DIFFERENTES VOIES D'ENERGIES RENOUVELABLES[5]. .....	12
<b>FIGURE 1.7</b> : IMAGE DE L'AUTOCLAVE A ZHAW [23] .....	15
<b>FIGURE 1.8</b> : PHOTO DU GRENOOLMATIC 25 A ZHAW [23] .....	15
<b>FIGURE 1.9</b> : IMAGE DU REACTEUR D'ESSAI (PHOTO REBSAMEN) [23] .....	16
<b>FIGURE 1.10</b> : SCHEMA DE L'USINE HTC A BUCHS (SOURCE : BROCHURE TECHNIQUE TFC) [25] .....	17
<b>FIGURE 1.11</b> : SCHEMA DU REACTEUR DE BUCHS (SOURCE : NOTICE TECHNIQUE TFC) [23] .....	17
<b>FIGURE 1.12</b> : PHOTO DE L'USINE HTC A KARLSRUHE [28] .....	18
<b>FIGURE 1.13</b> : SCHEMA DU SYSTEME AVA-CO <sub>2</sub> [28] .....	18
<b>FIGURE 1.14</b> : PHOTO DU REACTEUR DE BIRKENFELD [23] .....	19
<b>FIGURE 1.15</b> : PHOTO DU SYSTEME AGRO KRAFT HTC) [23] .....	19
<b>FIGURE 1.16</b> : SCHEMA DU SYSTEME AGROKRAFT HTC [23] .....	20
<b>FIGURE 1.17</b> : PHOTO DU CUBE DU DESTIN [23] .....	20
<b>FIGURE 1.18</b> : SCHEMA ET PHOTO DU REACTEUR HTC A LOUGHBOROUGH [23] .....	21
<b>FIGURE 2.1</b> : CHANGEMENT DE PHASE DE L'EAU CHANGENT A DIFFERENTES TEMPERATURES ET DOMAINE D'APPLICATION DU PROCEDE HYDROTHERMAL [31]. .....	23
<b>FIGURE 2.2</b> : PRINCIPALES VOIES REACTIONNELLES DU PROCESSUS HTC [1] .....	25
<b>FIGURE 3.1</b> : SCHEMA DU REACTEUR PROTOTYPE [26] .....	33
<b>FIGURE 3.2</b> : SOUPAPE DE SURPRESSION [22] .....	34
<b>FIGURE 3.3</b> : VANNE DE VIDANGE [22] .....	34
<b>FIGURE 3.4</b> : COUVERTURE CHAUFFANTE [22] .....	35
<b>FIGURE 3.5</b> : CAPTEUR DE TEMPERATURE [22] .....	35
<b>FIGURE 3.6</b> : MANOMETRE NUMERIQUE [22] .....	36
<b>FIGURE 3.7</b> : COMPTEUR D'ENERGIE [22] .....	36
<b>FIGURE 3.8</b> : CONCEPTION ET DIMENSIONS DU REACTEUR HTC [26] .....	37
<b>FIGURE 3.9</b> : IMAGES DU REACTEUR DANS SA VERSION 0 .....	40
<b>FIGURE 3.10</b> : IMAGES ANNOTEES DES DIFFERENTES PARTIES DU REACTEUR .....	42
<b>FIGURE 3.11</b> : DISPOSITIF EXPERIMENTAL [22] .....	43
<b>FIGURE 3.12</b> : PHOTOS DURANT LES TRAVAUX DE SOUDURE .....	44
<b>FIGURE 3.13</b> : CADRE D'ANALYSE EXPERIMENTALE [42] .....	46
<b>FIGURE 3.14</b> : TYPHA : A) HUMIDE ET B) SECHE ET BROYE [42] .....	46
<b>FIGURE 3.15</b> : REACTEUR DE CARBONISATION HYDROTHERMALE DE 2L [42] .....	47
<b>FIGURE 3.16</b> : INFLUENCE DE LA TEMPERATURE ET DU TEMPS DE SEJOUR SUR LE RENDEMENT DE L'HYDROCHAR [42] .....	49
<b>FIGURE 3.17</b> : INFLUENCE DE LA VITESSE D'AGITATION SUR LE RENDEMENT DE L'HYDROCHAR [42] .....	50
<b>FIGURE 3.18</b> : BILAN MASSIQUE DES PRODUITS HTC [42] .....	50
<b>FIGURE 3.19</b> : EFFET DE LA TEMPERATURE ET DU TEMPS DE SEJOUR SUR LA TENEUR EN CARBONE [42] .....	51
<b>FIGURE 3.20</b> : INFLUENCE DE LA VITESSE D'AGITATION SUR LE RENDEMENT EN HYDROCHAR [42] .....	52
<b>FIGURE 3.21</b> : BILAN CARBONE DES PRODUITS HTC [42] .....	53
<b>FIGURE 3.22</b> : INFLUENCE DE LA VITESSE D'AGITATION SUR LA MORPHOLOGIE [42] .....	54

## Liste des tableaux

<b>TABLEAU 1.1 : RENDEMENT EN POURCENTAGE MASSIQUE DES PRODUITS SOLIDES, LIQUIDES ET GAZEUX ISSUS DE LA REACTION HTC DE DIFFERENTES TYPES DE BIOMASSES LIGNOCELLULOSIQUES [14].....</b>	<b>7</b>
<b>TABLEAU 1.2 : COMPOSITION ELEMENTAIRE DE L'HYDROCHAR PRODUIT A PARTIR DE DIFFERENTES MATIERES PREMIERES DE BIOMASSE ET CONDITIONS DE TRAITEMENT HTC [5] .....</b>	<b>8</b>
<b>TABLEAU 2.1 : POUVOIR CALORIFIQUE ET STABILITE DE LA CELLULOSE, L'HEMICELLULOSE ET DE LA LIGNINE [14]. .....</b>	<b>24</b>
<b>TABLEAU 3.1 : METHODES DE CALCUL [26] .....</b>	<b>31</b>
<b>TABLEAU 3.2 : CARACTERISTIQUES DU REACTEUR HTC [22], [26] .....</b>	<b>33</b>
<b>TABLEAU 3.3 : ÉLÉMENTS DE COMPARAISON DE LA VERSION ZERO AVEC LA PROCEDURE DE CONCEPTION STANDARDISEE [39] .....</b>	<b>38</b>
<b>TABLEAU 3.4 : PHOTOS PRISES DURANT LES TRAVAUX DE SOUDURE .....</b>	<b>41</b>
<b>TABLEAU 3.5 : LES DONNEES EXPERIMENTALES DE L'ETUDE [42] .....</b>	<b>47</b>
<b>TABLEAU 3.6 : RESUME DES MEILLEURES CONDITIONS OPERATOIRE MAXIMISANT LE RENDEMENT EN HYDROCHAR .....</b>	<b>55</b>

## Abréviations

Abréviations	Significations
<b>BS 5500</b> (British Standards)	Norme britannique
<b>COT</b>	Carbone organique total
<b>Ca</b>	Calcium
<b>CO</b>	Monoxyde de carbone
<b>CO<sub>2</sub></b>	Dioxyde de carbone
<b>C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub></b>	Glucose
<b>CODAP</b> (Common Online Data Analysis Platform)	Plateforme commune d'analyse de données en ligne
<b>CH<sub>4</sub></b>	Méthane
<b>DCO</b>	Demande chimique en oxygène
<b>DN</b>	Diametre normal
<b>EC</b>	Efficacité carbone
<b>EFB</b>	Bouquet de fruits vide
<b>HTC</b>	Carbonisation hydrothermale
<b>HTG</b>	Gazéification hydrothermale
<b>HTL</b>	Liquéfaction hydrothermale
<b>H<sub>3</sub>O<sup>+</sup></b>	Ion hydrinium
<b>H/C</b>	Rapport atomique hydrogène/carbone
<b>H<sub>2</sub></b>	Dihydrogène
<b>H<sub>2</sub>O</b>	Eau
<b>K</b>	Potassium
<b>Li</b>	Lithium
<b>MV</b>	Matière volatile
<b>MSW</b> (municipal solid waste)	Déchets solides municipaux
<b>Na</b>	Sodium
<b>O<sub>2</sub></b>	Dioxygène
<b>OH<sup>-</sup></b>	Hydroxyde
<b>O/C</b>	Rapport atomique oxygène/carbone
<b>P</b>	Phosphore
<b>RTTC</b> (Reinvent the Toilet Challenge)	Réinventer les toilettes : un défi

## Résumé

La carbonisation hydrothermale (HTC en anglais) est un processus thermo-chimique qui convertit la biomasse en un matériau semblable au charbon communément appelé hydrochar par application de températures relativement faibles à un réacteur qui est chargé de biomasse et d'eau sous pression saturée pendant plusieurs heures. Le principal avantage du procédé par rapport à d'autres techniques de conversion thermo-chimique telles que la pyrolyse et la torréfaction est que ce procédé ouvre le champ des matières premières potentielles aux substrats à forte teneur en humidité tels que les biodéchets municipaux, les résidus agricoles humides et les boues fécales alors que les autres techniques thermo-chimiques sont limitées à la biomasse sèche. L'hydrochar est un produit facile à manipuler avec de bonnes propriétés de déshydratation et une fois séché, il a un pouvoir calorifique élevé. Il peut être utilisé comme combustible neutre en carbone, amendement des sols, mais aussi pour le stockage et la production d'énergie et comme catalyseur. La première partie de ce travail donne un aperçu des réacteurs HTC existants déjà mis en œuvre dans les pays industrialisés. Sur la base de ce schéma, un prototype de réacteur HTC de recherche avec une conception simple adaptée aux conditions des pays en développement est entrain d'être développé (en cours de conception) et contrôlé (par le Bureau VERITAS). La conception, les dimensions ainsi que le type de matériaux du réacteur HTC doivent être déterminés selon des normes de conformité strictes et en accord avec la réglementation applicable. Au niveau du chapitre 3, il était prévu de faire des essais au laboratoire mais pour des raisons techniques les délais de livraison n'ont pas été respectés. De ce fait, ce mémoire a eu à travailler sur la base des tests réalisés sur un réacteur de 2 L du Delft Institute For Water Education (IHE) au Pays-Bas. Au cours de cette recherche expérimentale, différents tests ont été réalisés avec du typha qui a été collecté au niveau du technopole de Dakar. Ces expériences comprennent au total 30 essais, dans le but d'analyser et de comparer les produits finaux obtenus et d'évaluer l'influence de la vitesse d'agitation sur le rendement, la teneur en carbone et la morphologie de l'hydrochar. D'après les résultats des tests, la vitesse d'agitation (0-130 tr/min) n'a pas d'influence sur le rendement massique, la teneur en carbone et la structure morphologique de l'hydrochar. De plus, les interactions de la vitesse d'agitation avec la température, le temps de séjour et le rapport biomasse/eau étaient insignifiantes. Le rendement des produits d'HTC dépendent des conditions opératoires du procédé tels que la température, le temps de séjour et le rapport massique biomasse/eau. Donc pour notre plage d'étude les meilleures conditions opératoires qui permettent d'obtenir un bon rendement en hydrochar et de bonne qualité sont une température de (180°C ou 198 °C) pendant une durée de (6h, 8h ou 10h) et un rapport biomasse eau de 5,5% ou 7,8% et un taux d'agitation de 98, 33 ou 65 tour/min.

**Mots clefs :** Conception, HTC, Hydrochar, Bureau Veritas, Biomasse humide.

## Abstract

Hydrothermal carbonisation (HTC) is a thermochemical process that converts biomass into a coal-like material known as hydrochar by applying relatively low temperatures to a reactor that is charged with biomass and water under saturated pressure for several hours. The main advantage of the process over other thermochemical conversion techniques such as pyrolysis and torrefaction is that it opens the field of potential feedstocks to high moisture content substrates such as municipal biowaste, wet agricultural residues and faecal sludge whereas other thermochemical techniques are limited to dry biomass. Hydrochar is an easy to handle product with good dehydration properties and once dried has a high calorific value. It can be used as a carbon-neutral fuel, soil improver, but also for energy storage and production and as a catalyst. The first part of this work gives an overview of existing HTC reactors already implemented in industrialised countries. Based on this overview, a prototype research HTC reactor with a simple design adapted to the conditions in developing countries is being developed (under design) and tested (by Bureau VERITAS). The design, dimensions and type of materials of the HTC reactor have to be determined according to strict compliance standards and in accordance with the applicable regulations. In chapter 3, it was planned to carry out tests in the laboratory, but for technical reasons the delivery time was not met. Therefore, this thesis had to work on the basis of tests carried out on a 2 L reactor of the Delft Institute For Water Education (IHE) in the Netherlands. In the course of this experimental research, various tests were carried out with typha that was collected at the Dakar technopole. These experiments included a total of 30 tests, with the aim of analysing and comparing the final products obtained and evaluating the influence of the agitation speed on the yield, carbon content and morphology of the hydrochar. According to the test results, the agitation speed (0-130 rpm) has no influence on the mass yield, carbon content and morphological structure of the hydrochar. Furthermore, the interactions of agitation speed with temperature, residence time and biomass/water ratio were insignificant. The yield of HTC products depends on the operating conditions of the process such as temperature, residence time and biomass/water mass ratio. Therefore, for our study range, the best operating conditions to obtain a good yield of hydrochar and good quality are a temperature of (180°C or 198°C) for a duration of (6h, 8h or 10h) and a biomass/water ratio of 5.5% or 7.8% and an agitation rate of 98, 33 or 65 rpm.

**Keywords:** Design, HTC, Hydrochar, Bureau Veritas, Wet biomass.

## INTRODUCTION GENERALE

En 2021, l'augmentation de la population humaine atteignant près de 8 milliards (7,9 milliards) de personnes a un effet énorme sur la consommation mondiale de ressources. Cette consommation énorme génère, par conséquent des quantités importantes de déchets, y compris des déchets humides. La biomasse humide peut prendre différentes formes telles que les déchets agricoles, les déchets de l'industrie alimentaire, les déchets municipaux ou les boues d'épuration. La biomasse tels la lignocellulose, les boues d'épuration et les déchets solides municipaux ( figure 1.1) sont considérés comme une ressource abondante et renouvelable qui peut être convertie sous forme solide, liquide et gazeuse à l'aide de technologies biochimiques et thermochimiques [1].

Les processus thermochimiques comprennent la pyrolyse, la combustion, la gazéification et les processus hydrothermiques (la carbonisation hydrothermale (HTC en anglais), la gazéification hydrothermale (HTG) et la liquéfaction hydrothermale (HTL)). Elles se distinguent les unes des autres par leurs conditions de traitement telle que l'utilisation d'oxygène ou la quantité de chaleur utilisée. Dans l'ensemble, la carbonisation hydrothermale (HTC) est le procédé privilégié pour la valorisation de la biomasse humide car il n'a pas besoin de sécher la matière première avant de l'utiliser. La CHT suscite un intérêt croissant dans la communauté de recherche et l'industrie pour la valorisation des déchets organiques et des résidus de biomasse [2]. La CHT est un processus de conversion thermique qui s'avère efficace pour convertir la biomasse à haute humidité souvent considérée comme dégradable en solide carboné, communément appelé « Hydrochar », dans une courte période (5 min à 12 h) à une plage de température relativement basse par rapport aux autres procédés thermochimiques (180-250 °C) et à des pressions comprises entre (20-60 bars) [3, 4]. Le principal avantage du HTC par rapport à d'autres techniques de conversion thermochimique à haute température telles que la pyrolyse et la torréfaction est que le procédé HTC traite les déchets humides, ce qui permet de convertir les matières premières sans pré-séchage [5]. La technologie HTC contribue de manière importante à une valorisation efficace de divers déchets biogènes (déchets produits par l'activité humaine) comme les déchets d'entretien des paysages, les biodéchets communaux, les déchets issus de l'exploitation forestière et de l'agriculture, ou même les boues d'épuration et les déchets industriels [6]. Dans ce contexte, les réacteurs et les centrales HTC sont des outils d'ingénierie qui peuvent faire évoluer de manière significative la recherche HTC vers l'innovation en stimulant le développement de nouvelles entreprises basées sur la technologie HTC [7]. Ainsi, dans le cadre du projet Bio4AFRICA, il est prévu de faire la conception et la

certification, au niveau local, d'un réacteur de carbonisation hydrothermale (HTC) afin de valoriser les déchets organiques ainsi que les résidus de biomasses humides au niveau de la région de Ziguinchor et c'est dans ce cadre que s'inscrit l'objectif de ce mémoire. Pour ce faire, le mémoire sera scindé sur trois chapitres :

- Dans le premier chapitre, nous présenterons les biomasses et produits issus de la carbonisation hydrothermale.
- Le second chapitre présentera la carbonisation hydrothermale de la biomasse, du mécanisme réactionnel de ce procédé et des effets des conditions opératoires.
- Le troisième chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus au niveau de l'IHE par utilisation du typha collecté à Dakar.

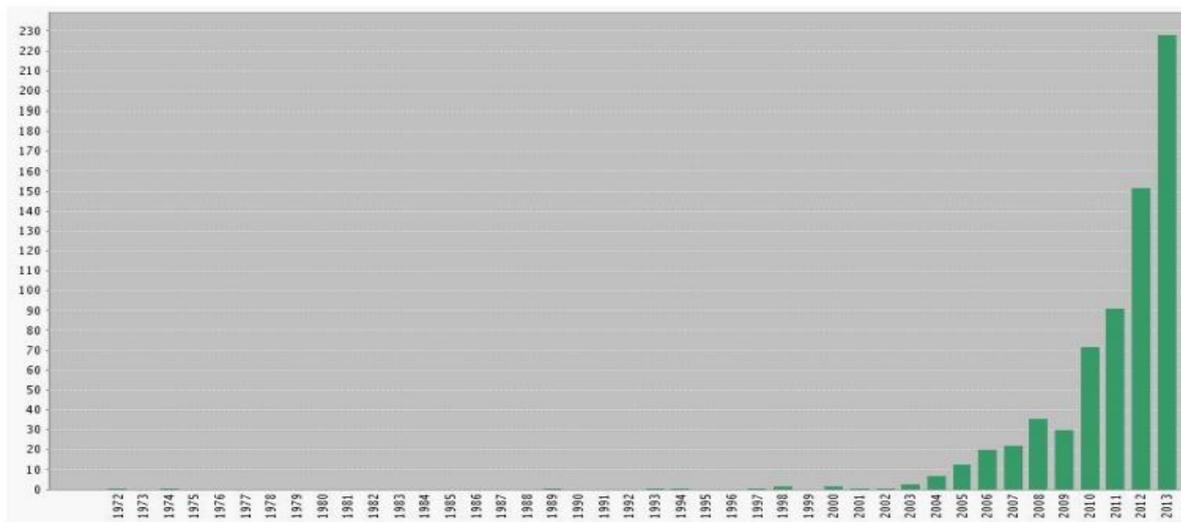
**Chapitre I : Biomasses et Produits de la Carbonisation  
Hydrothermale**

Ce chapitre vise à donner les éléments essentiels à la compréhension du sujet du mémoire. La première partie est consacrée à l'histoire et la définition de la carbonisation hydrothermale. La seconde partie parle de la définition et la composition de la biomasse végétale. La troisième partie est réservée aux produits et coproduits issus de la HTC ainsi que les différentes voies de la valorisation de l'hydrochar. Et enfin la dernière partie est dédiée aux différents types de réacteur HTC.

## I.1 Historique et définition

La carbonisation hydrothermale (HTC) a été pour la première fois explorée en 1913 par le chimiste allemand Friedrich Karl Rudolf Bergius, qui recevra en 1931 avec Carl Bosch le prix Nobel de chimie[8]. Son but était de comprendre le processus de formation naturelle du charbon à partir de biomasse et le cas échéant d'en produire techniquement. Il n'y parvient pas, mais il développera ainsi la chimie à haute pression [8]. Quelques décennies plus tard, Kreulen et Kreulen van Selms ont montré par l'étude détaillée de composés modèles (lignine et humine) qu'une multitude de réactions complexes se déroulent simultanément au cours de la carbonisation de produits naturels complexes.

En raison du faible coût et de l'utilisation croissante du pétrole, les recherches sur la carbonisation hydrothermale ont été longtemps ignorées, comme le montre la figure 1-2 [9]. Le sujet ne fait que commencer à susciter l'intérêt des chercheurs vers les années 2005 et 2006.



**Figure 1.1** : Nombre de publications sur la carbonisation hydrothermale de 1972 à 2013 [9].

La technologie HTC permet de transformer de la biomasse (déchet ou non) en un produit dit « biocharbon » (ou plus précisément « hydrocharbon » ou « hydrochar ») via un processus thermochimique entretenu dans des conditions anoxiques. Ce biocharbon est présenté comme

neutre en carbone. Il peut servir de combustible et être produit par une bioraffinerie. Il peut aussi être utilisé pour produire divers types de carbones nanostructurés, un substitut au charbon brun, du gaz de synthèse, des précurseurs de carburants [8]. Le processus de production d'hydrochar offre des avantages significatifs par rapport aux autres technologies ; aucun séchage nécessaire de la biomasse, aucune émission et sous-produits par rapport à la pyrolyse ainsi qu'un rendement en carbone plus élevé en sont quelques-uns [10]. Une grande variété de matières premières, y compris la biomasse aquatique, les résidus agricoles et les déchets industriels et animaux, conviennent au procédé HTC.



**Figure 1.2 :** Ressources de la biomasse sèche et humide [11]

L'eau agit comme un bon milieu pour le transfert de chaleur dans le réacteur HTC, mais si la variabilité de la taille des particules de la matière première est très grande et que le temps de réaction trop court, il peut y avoir des limitations de transfert de masse [5]. Plusieurs réactions se produisent au cours du processus HTC, à savoir l'hydrolyse (réaction avec l'eau), la déshydratation (élimination de l'eau), la décarboxylation (élimination des groupes carboxyles qui entraîne la libération de CO<sub>2</sub>) et l'aromatisation (formation de composés aromatiques). Ces réactions se produisent sous haute température et sous haute pression. Ces dernières jouent un rôle essentiel dans la réduction des rapports hydrogène/carbone (H/C) et oxygène/carbone

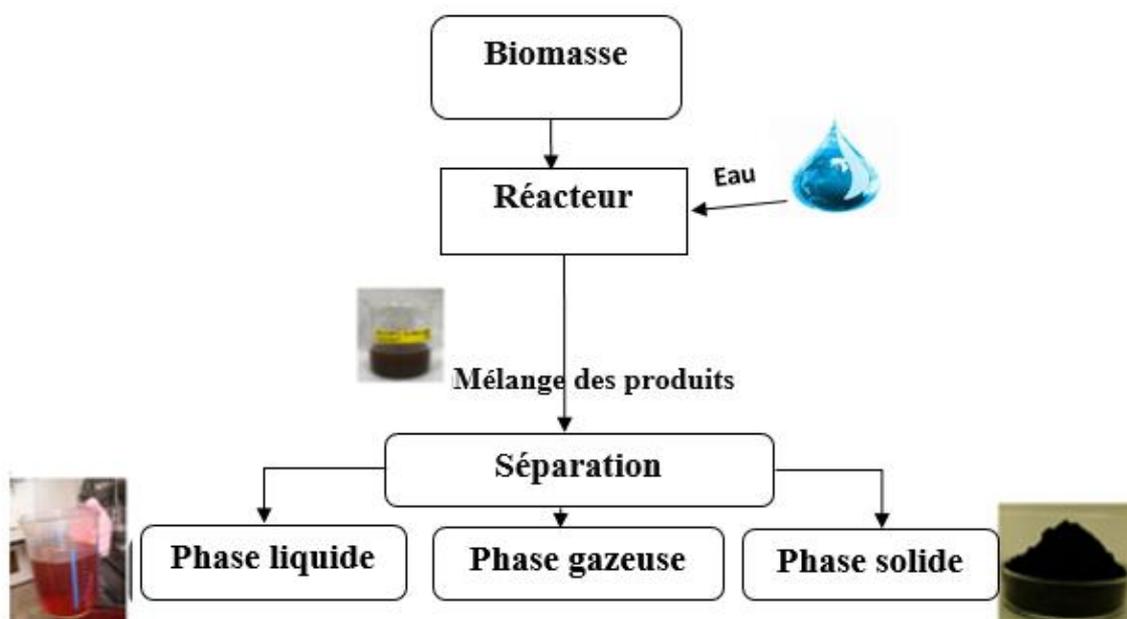
(O/C) pour produire l'hydrochar riche en carbone. L'hydrochar est considéré comme le produit primaire, car ses propriétés lui permettent d'être utilisé dans diverses applications, telles qu'un combustible solide, un adsorbant pour éliminer les polluants des flux d'eau et d'eaux usées, par exemple le phosphore provenant d'eaux de ruissellement agricoles, et un amendement du sol [4].

## **I.2 Biomasse**

La biomasse désigne l'ensemble des matières organiques pouvant se transformer en énergie [12]. Elle contient de l'hémicellulose (ou les hémicelluloses), de la cellulose et de la lignine. La cellulose est composée de monomères de glucose alliés à une liaison glycoside, tandis que l'hémicellulose est constituée d'acides de sucre, de pentoses et d'hexoses. La lignine, étant un polymère, est constituée d'unités phénylpropane qui assurent la rigidité des cellules végétales et lient la cellulose et les hémicellulose [13]. L'utilisation de la biomasse résiduelle comme ressource durable a été reconnue par la société principalement en raison des réductions potentielles des émissions de gaz à effet de serre. La biomasse telle que celle lignocellulosique, les boues d'épuration et les déchets solides municipaux sont considérés comme une ressource abondante et renouvelable qui peut être convertie sous forme solide, liquide et gazeuse à l'aide de technologies biochimiques, physicochimiques et thermochimiques. Cependant, il y a des inconvénients à la biomasse en tant que ressource durable qu'il faut essayer de surmonter ; par exemple, son humidité élevée, parfois sa faible teneur énergétique, son hétérogénéité, sa faible densité et la présence de contaminants [1].

## **I.3 Produits et coproduits issus de la carbonisation hydrothermale**

La distribution du produit, comme illustré à la figure 1.3, dépend principalement des conditions du procédé et des types de matières premières. A travers le procédé HTC, la biomasse initiale peut être convertie en 3 phases de produits comprenant les phases : solide, liquide et gazeuse.



**Figure 1.3 :** Distribution des produits issus de la HTC

La distribution des produits solides, liquides et gazeux est largement influencée par le choix de la matière première et des conditions de procédé, principalement la température et le temps de séjour [10]. Les caractéristiques du produit HTC sont expliquées dans les sections suivantes. Le tableau 1.1 montre l'effet de la nature de la biomasse et des conditions opératoires sur la répartition des produits provenant d'un réacteur HTC.

**Tableau 1.1 :** Rendement en pourcentage massique des produits solides, liquides et gazeux issus de la réaction HTC de différents types de biomasses lignocellulosiques [14]

Biomasses	Hydrochar (%)	Liquide HTC (%)	Gaz (%)	T (°C)	Durée traitement	Références
Marc de raisin	80-50	-	2-9	180-250	1-8 h	[15]
Bois à encens	83-63	14-09	9-20	200-260	5 min	[16]
Mélange bois sapin/pin	64-50	13-12	8-13	215-255	30 min	[17]
Mélange pulpe/peau d'olive	84-56	14-38	2-6	180-250	30 min	[18]

### I-3-1 Produit solide : Hydrochar

Le solide carboné appelé hydrochar est similaire à la lignine plus stable et dense énergétiquement, plus friable et moins humide que la biomasse initiale [14].

### I-3-1-1 Caractéristiques de l'hydrochar

De multiples techniques d'analyse et de modèles théoriques ont été utilisés pour obtenir ces caractéristiques à savoir le contenu énergétique, la composition élémentaire et la morphologie de surface de l'hydrochar [4].

Les matières premières telles que le bois, les microalgues, les déchets solides municipaux, les déchets alimentaires, les boues d'épuration et les résidus agricoles ont été traités avec succès par le procédé, dont la plupart pourraient obtenir le contenu énergétique relativement faible de l'hydrocharbon produit. Peu de chercheurs se sont penchés sur l'amélioration du contenu énergétique de l'hydrochar. En 2013, des chercheurs ont découvert que l'ajout d'une biomasse glucidique facilement hydrolysée, telle que des résidus de pâte et de l'ensilage de maïs, dans la matière première du procédé HTC entraînait une augmentation d'environ 15% de la teneur énergétique de l'hydrochar produit [19]. La composition élémentaire de l'hydrochar produit à partir de différentes conditions de procédé et de la matière première de la biomasse est comparée dans le tableau 1.2. On peut supposer que la teneur en carbone est passée de 44,44 % dans la matière première de cellulose à 71,66 % dans l'hydrocharbon produit. Des résultats similaires sont également obtenus à partir d'autres charges d'alimentation [4].

**Tableau 1.2 :** Composition élémentaire de l'hydrochar produit à partir de différentes matières premières de biomasse et conditions de traitement HTC [4]

Matières premières	Condition de traitement		Composition élémentaire				O/C (Atomique)	H/C (Atomique)
	Température (°C)	Temps (h)	C (% massique)	H (% massique)	O (% massique)	N (% massique)		
Cellulose*	-	-	44,44	6,17	49,38	-	0,833	1,666
Cellulose **	250	4	71,66	4,55	23,79	-	0,249	0,762
Tige de maïs	250	4	71,36	5,60	16,27	2,00	0,171	0,935
Boues d'épuration	200	4	46,17	5,81	49,39	1,88	0,80	1,51
MSW	250	20	33,50	2,70	14,20	0,63	0,32	0,97
Fibre de coco	220	0,5	62,47	5,28	31,09	0,90	0,37	1,01
Micro-algue	203	2	72,70	9,70	-	7,30	-	1,60

\*Matière première de cellulose avant HTC

\*\* Matière première de cellulose après HTC

Au cours du processus HTC, les réactions de déshydratation et de décarboxylation provoquent une diminution des rapports atomiques H/C et O/C.

### I-3-1-2 Applications de l'hydrochar

Les hydrochars, des matériaux solides carbonés aux propriétés physicochimiques uniques et produits par carbonisation hydrothermale (HTC) de la biomasse, comme illustré à la figure 1.4, ont fait l'objet d'une grande attention en raison de leurs applications croissantes pour l'amendement de sols, comme sources d'énergie (production et stockage), comme combustibles solides, comme absorbant dans la purification de l'eau, comme catalyseurs et pour la séquestration du CO<sub>2</sub> [20].

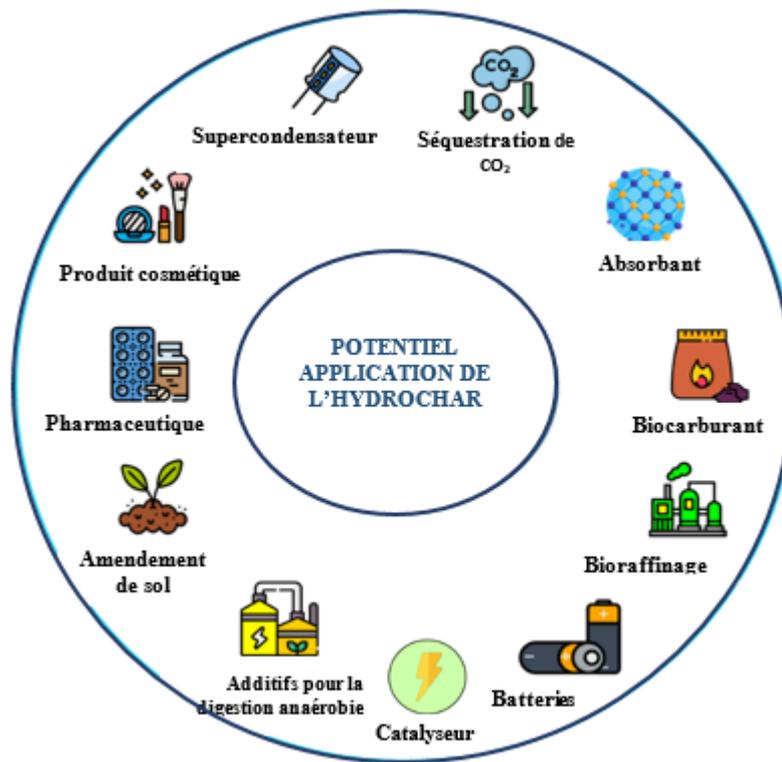


Figure 1.4 : Potentielles applications de l'hydrochar

#### a) Amendement du sol

L'application d'hydrochar dans le sol comme illustré à la figure 1.5 affectera les propriétés du sol telles que la réduction de la résistance à la traction des sols durcis, l'amélioration de la capacité de rétention d'eau et l'augmentation de la conductivité hydraulique des sols. Il y a eu beaucoup de recherches concernant l'application du biochar produit à partir de la pyrolyse pour augmenter la fertilité du sol. En outre, plusieurs études ont montré que l'hydrochar destiné à l'amendement du sol a des effets positifs et négatifs sur la croissance des plantes selon le type de plante et le type de sol (fertile ou infertile) [4]. Les inconvénients de l'hydrochar sur la

croissance des plantes sont dus à l'immobilisation de l'azote dans le sol par le processus de décomposition de l'hydrochar ce qui pourrait être évité en traitant ou en activant davantage l'hydrochar [10].



**Figure 1.5 :** Biochar utilisé comme amendement du sol [14]

Cependant, très peu d'applications de l'hydrochar pour l'amendement du sol ont été signalées. La comparaison de l'hydrochar et du biochar en termes de leur application dans l'amendement du sol est expliquée dans la section I-3-1-3.

#### **b) Traitement de l'eau (Adsorbant)**

En fait, le biochar utilisé comme adsorbant gagne en popularité parmi d'autres matériaux carbonés. Faisant partie des applications les plus importantes de l'hydrochar, l'adsorption particulièrement pour la purification de l'eau a des propriétés principalement influencées par les conditions de fonctionnement de la carbonisation hydrothermale (HTC) et le type de matière première. Afin d'augmenter la capacité de sorption, l'utilisation d'acide acrylique dans la production d'hydrochar se traduit par une grande quantité de groupes carboxyliques sur la surface de l'hydrochar qui produit les matériaux à haute surface fonctionnelle [4]. En 2011, des chercheurs ont rapporté que l'hydrochar sans activation issu de l'HTC du panic érigé peut être utilisé comme adsorbant pour l'élimination d'uranium contenu dans les eaux-souterraines [14]. En raison de sa structure poreuse et de son degré de fonctionnalité de surface, qui peut être ajusté et contrôlé pendant le processus HTC, l'hydrochar est un candidat potentiel pour une utilisation comme adsorbant. Il a été prouvé qu'il élimine différents métaux lourds dans les solutions [21]. Pour l'hydrochar activé sa capacité de sorption est plus élevée que l'hydrochar non activé [10].

#### **c) Production et stockage de l'énergie**

L'une des applications les plus prometteuses de l'hydrochar est dans le domaine du stockage de l'énergie. L'hydrochar peut être traité davantage pour le rendre utilisable dans les condensateurs,

les supercondensateurs et comme électrodes dans les batteries. Pour le supercondensateur, il gagne des performances remarquables en tant que dispositif de stockage d'énergie électrochimique en raison de ses divers avantages et applications par rapport aux condensateurs diélectriques et aux batteries rechargeables [10].

L'application de l'hydrochar comme anode dans les batteries Li-ion a été rapportée dans la littérature [22-23]. Il existe deux (2) techniques principales pour produire cet hydrochar spécifique : Carbonisation de l'hydrochar produit sous argon à 1000°C pendant 5h ; et matériaux d'anode spécifiques (tels que les nanoparticules de Si, NiO et SnCl<sub>4</sub>) sont dispersés dans la matière première et ensuite traités par HTC pour produire des nanocomposites d'hydrochar [4].

En 2016, après avoir testé une large variété de biomasses, des recherches scientifiques ont rapporté que pour certains types de biomasse, le processus HTC permet la production d'un hydrochar similaire au charbon, facilement friable et plus dense en énergie que la matière première. Une fraction importante de potassium et de sodium a été éliminée au cours du processus HTC ce qui réduit les risques d'encrassement et de scorie d'équipements de combustion d'hydrochar [14].

#### **d) Biocarburant solide**

Le contenu énergétique de l'hydrochar et sa composition élémentaire (rapports atomiques H/C et O/C) sont similaires à ceux des charbons naturels. Ainsi, l'hydrochar peut être considéré comme combustible solide. Les recherches sur l'application d'hydrochar comme substitut aux charbons naturels (combustibles fossiles) dans le processus de combustion typique ont été rapportées [4]. Le carburant hydrochar est hydrophobe et a un pouvoir calorifique plus élevé par rapport à la matière première d'origine, puisque l'humidité et la teneur en matières volatiles (MV) sont réduites de manière significative au cours de la réaction HTC [21]. La faible teneur en cendres, des MV, de la teneur en humidité, de l'amélioration de la teneur en carbone, de l'hydrophobicité, de la teneur en énergie plus élevée de l'hydrochar que de la matière première brute en font un biocarburant solide attrayant [10].

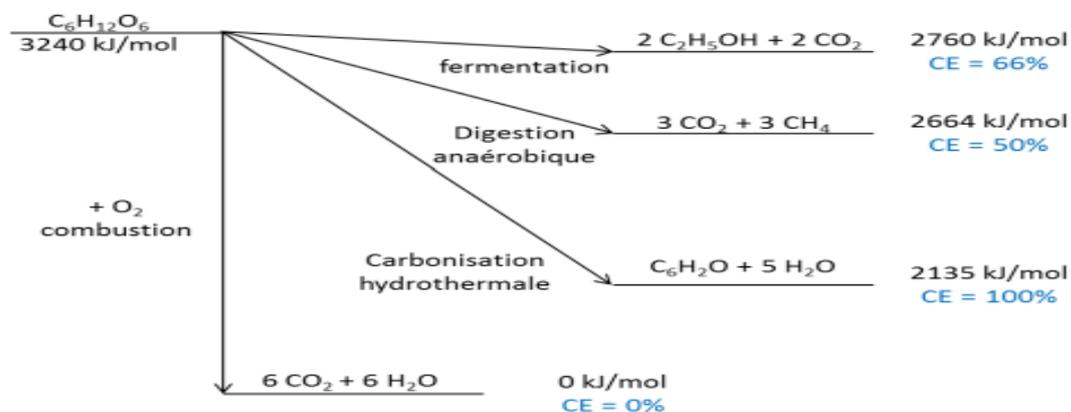
#### **e) Catalyseur**

Les matériaux HTC peuvent également être utilisés comme catalyseurs, remplaçant les catalyseurs coûteux, provenant de sources non renouvelables ou présentant une faible activité. Actuellement, l'hydrochar chargé de nanoparticules de métaux nobles peut être utilisé avec succès dans l'hydrogénation du phénol en cyclohexanone [21]. Pour produire l'hydrochar catalyseur fonctionnel à partir du HTC de la biomasse, il doit évidemment être hybride avec

des matériaux inorganiques fonctionnels. L'opération HTC avec ajout de sels de métaux nobles conduit à l'hydrochar chargé avec les nanoparticules métalliques qui seraient surtout localisées dans le cœur hydrophobe de l'hydrochar [4]. En 2015, des chercheurs ont préparé des nanoparticules de carbone encapsulé par du fer avec les sucres issus du bois et une solution du chlorure (FeCl<sub>2</sub>) du fer (II)[16]. Les nanoparticules du carbone encapsulé par du fer ont montré un effet catalytique excellent dans les tests de synthèse de biocarburant via le procédé catalytique Fischer-Tropsch [14].

#### f) Séquestration du CO<sub>2</sub>

La biomasse peut être le convertisseur de carbone avec la grande efficacité de la liaison du CO<sub>2</sub> hors de l'atmosphère, et l'utilisation du procédé HTC pour transférer la biomasse en hydrochar pourrait représenter un processus plus efficace pour la séquestration du CO<sub>2</sub>. La figure 1.6 est un exemple permettant de comparer le diagramme de transfert de carbone des glucides, y compris l'efficacité carbone (CE) et l'énergie de combustion provenant de différentes filières d'énergies renouvelables. Ce diagramme montre bien que le procédé HTC est le moyen le plus efficace pour la fixation du carbone, avec un CE proche de 1 [4]. L'hydrochar ainsi produit a capturé 100 % du carbone et peut être réduit en poudre, en pellet et utilisé comme biocarburant et, ou amendement du sol (similaire au biochar) et d'autres études sur la production économique des nanomatériaux [3]. Des scientifiques ont montré en 2011 que la surface des hydrochars issus de sciures du bois d'eucalyptus et des pailles d'orge était riche en groupes fonctionnels d'oxygène (carbonyle, carboxyle, hydroxyle, quinone et ester) expliquant l'affinité élevée des hydrochars avec l'eau (propriété hydrophile) permettant d'envisager leurs utilisations en captage de CO<sub>2</sub> dans l'atmosphère [14].



**Figure 1.6 :** Comparaison du diagramme de transfert de carbone des glucides provenant de différentes voies d'énergies renouvelables[4].

### **I-3-1-3 Comparaison de l'hydrochar et du biochar**

Le biochar et l'hydrochar sont des produits carbonés obtenus respectivement par des procédés de pyrolyse et de carbonisation hydrothermale de la biomasse. Les deux types de charbon bio nécessitent des résidus organiques tels que la lignocellulose et d'autres types de produits biologiques, les déchets, par exemple ceux provenant de la transformation des aliments. Cependant, la matière première en pyrolyse doit être sèche, HTC accepte ou même préfère les matières premières humides. Le biochar est largement reconnu pour la séquestration du carbone dans le sol alors que l'hydrochar est un amendement organique introduit plus récemment. D'après les recherches, l'hydrochar est une ressource précieuse et est supérieure au biochar à certains égards. Par exemple, il contient une teneur réduite en alcalins et alcalino-terreux et en métaux lourds, et un pouvoir calorifique accru par rapport au biochar produit à la même température de fonctionnement [24].

### **I-3-2 Produits liquides**

Le procédé HTC est un procédé générateur d'eau. D'une part, l'eau présente sous forme d'humidité dans la biomasse est séparée au cours du processus. D'autre part, environ 20% de la biomasse sèche est transformée en eau par déshydratation chimique [25]. L'eau de traitement HTC contient des nutriments précieux pour l'agriculture, principalement du potassium et de l'ammoniac, ainsi que des matières organiques qui pourraient enrichir les sols. Sa salinité totale et les concentrations de certains inorganiques comme le bore empêchent son application directe sur les champs agricoles ; une dilution est donc nécessaire.

La phase liquide, généralement appelée eau de procédé, est le liquide qui reste après la filtration du charbon produite par HTC de biomasse. Des recherches ont indiqué que ses eaux issues du traitement hydrothermal sont biodégradables en raison de leur substance organique élevée. En 2012, des scientifiques ont montré que ce liquide peut être traité dans un digesteur anaérobie afin de générer du méthane, un carburant [26].

A partir de la conversion de la charge dans le procédé HTC, la fraction de matières organiques solubles produite est contenue dans la phase liquide. Environ 15% du carbone de la matière première de la biomasse est solubilisé. Le carbone organique total (COT) et la demande chimique en oxygène (DCO) des produits liquides issus du HTC ont été étudiés pour les différentes matières premières. Par exemple, les concentrations de COT et de DCO des produits liquides fabriqués à partir de HTC de copeaux de bois sont respectivement d'environ 17g/L et 50g/L [4]. Le pH du liquide de HTC varie entre 3,2 et 4 en fonction de la nature de la biomasse

et des conditions opératoires. La présence des acides organiques et plus particulièrement de l'acide acétique, stable au cours du processus HTC entre 180 °C et 250 °C, peut expliquer le pH acide du liquide HTC. Les composants inorganiques (P, K, Na) issus de la décomposition de la biomasse sont aussi présents dans le liquide du procédé HTC [14].

### **I-3-3 Produits gazeux**

Le tableau 1.1 montre que la production globale du gaz varie entre 2 % et 20 % en fonction de la nature de la biomasse et des conditions opératoires [14].

Une fraction de carbone est également déplacée vers la phase gazeuse. Le gaz formé lors de la carbonisation hydrothermale se compose principalement de CO<sub>2</sub> (plus de 90 % du gaz). Des fractions mineures de CO, CH<sub>4</sub> et H<sub>2</sub> ont aussi été signalées [1,4 ,9 ,14]. Pour atteindre une teneur élevée en énergie de l'hydrochar produit, les éliminations d'hydrogène et d'oxygène de la biomasse par des réactions de déshydratation et de décarboxylation, réduisant les rapports atomiques H/C et O/C, sont favorables [1 ,4 ,5]. Cependant, pour tenir compte du potentiel de séquestration du CO<sub>2</sub> et pour maintenir une teneur élevée en carbone dans l'hydrochar produit, il pourrait être envisagé de maintenir la réaction de décarboxylation aussi faible que possible [4].

## **I.4. Différents types de réacteur HTC**

Cette partie illustre les différentes méthodes/technologies existantes utilisées pour la carbonisation hydrothermale de la biomasse. Dix systèmes différents ont été examinés dans le but d'obtenir un aperçu de différentes technologies, ainsi que le degré de complexité et les différentes échelles auxquelles les réacteurs HTC peuvent exister.

Les installations HTC peuvent être classées en deux catégories différentes suivant leur mode d'alimentation : continu ou discontinu, selon que la charge d'alimentation est introduite dans le réacteur en continu ou en discontinu. Les réacteurs discontinus d'une part sont généralement des cuves agitées cylindriques. Ils peuvent être remplis avec n'importe quel type de matière première organique. Ce n'est que lorsque le réacteur est rempli que le processus de carbonisation commence. D'autre part, les réacteurs continus sont pratiquement plus petits que les réacteurs discontinus. Ils nécessitent un système plus élaboré pour gérer la charge d'alimentation sous forme de courant tout en maintenant une pression élevée dans le réacteur.

### **I.4.1 Autoclave ZHAW**

L'autoclave ZHAW représenté à la figure 1.7 est le plus petit système de la liste. Il est utile pour tester la faisabilité HTC de différents substrats. Il est constitué d'un récipient sous pression

cylindrique simple (acier inoxydable) scellé avec de grandes vis, d'un chauffe-ballon, et d'un agitateur magnétique. C'est un réacteur discontinu de volume de 250 ml, avec une plage de pressions qui peut aller jusqu'à 200 bars et un écart de température compris entre 20 et 300 °C. Son système de chauffage est un manteau électrique.



**Figure 1.7** : Image de l'autoclave à ZHAW [26]

#### **I.4.2 Grenoolmatic 25**

Il est logé à l'université des sciences appliquées de Zurich et est utilisé à des fins de recherche. Comme illustré à la figure 1.8, le réacteur Grenoolmatic 25 se compose d'une chambre de pression cylindrique qui peut être remplie de biomasse et d'eau. La charge est alimentée dans un conteneur amovible en acier inoxydable pour faciliter la manipulation des produits chauds. C'est un réacteur discontinu de volume de 25 Litres, de pressions inférieures à 40 bars avec un écart de température compris entre 20 et 220 °C. Son système de chauffage est un manteau d'huile. L'huile thermique est chauffée avec deux résistances de 8 kW.



**Figure 1.8** : Photo du Grenoolmatic 25 à ZHAW [26]

### I.4.3 Réacteur d'essai technique TFC

Le réacteur d'essai, représenté sur la figure 1.9, est constitué d'une cuve cylindrique sous pression fermée par de grosses vis. Il ne possède aucun système d'agitation. Aucun capteur de température n'a été utilisé pour les expériences ; la température a été réglée et déterminée avec le dispositif de régulation du chauffe-ballon. C'est un réacteur discontinu de volume d'environ 20 Litres, une plage de pressions inférieures à 25 bars, une température 200 °C avec un manteau électrique qui sert de système de chauffage [26].



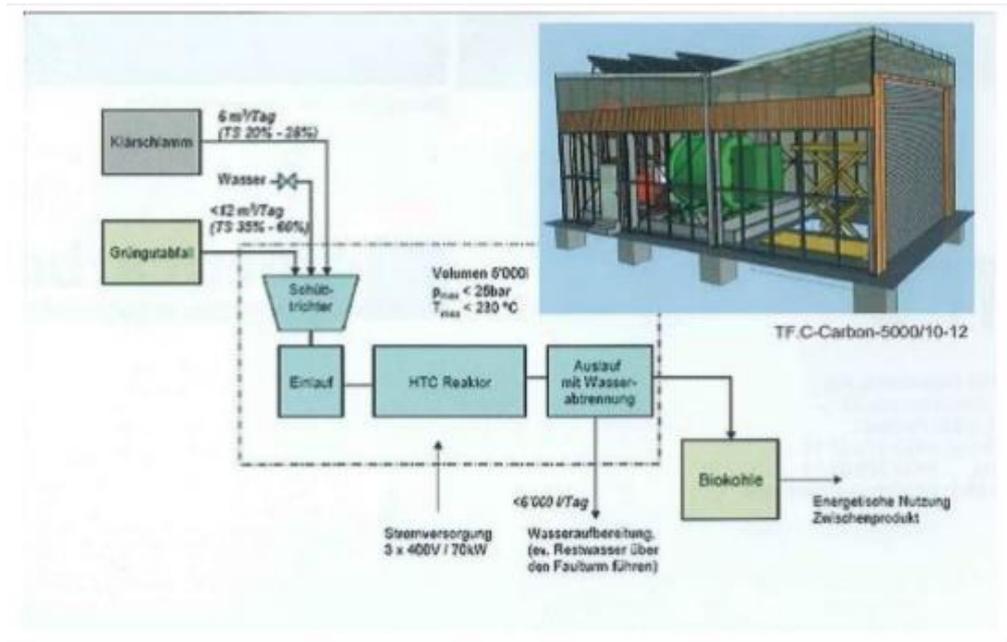
**Figure 1.9 :** Image du réacteur d'essai (photo Rebsamen) [26]

### I.4.4 Bouteilles de plongée

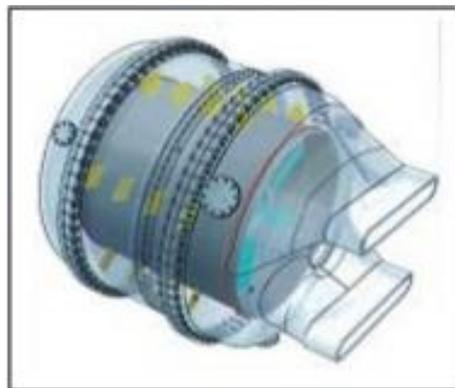
Les bouteilles de plongée sont des réacteurs discontinus avec un volume compris entre 12 et 15 L et une plage de pression max de 200 et 300 bars. La matière première est alimentée par la petite ouverture de la bouteille de plongée et la bouteille scellée [26].

### I.4.5 Ingénierie TFC, Buchs

Le réacteur illustré à la figure 1.11 est conçu pour traiter une combinaison de biomasses humides composée de boues d'épuration digérées de manière anaérobie provenant d'une station d'épuration et de biodéchets broyés en morceaux de 2 cm comme matériaux d'entrée. C'est un réacteur dont le mode d'alimentation est quasi-continu qui a un volume 5000 L avec une capacité maximale de 10 kilotonnes/an et un temps de rétention entre 3 et 4 heures. Le système de chauffage est un manteau d'huile thermique entourant le réacteur. La plage de pression de ce réacteur est comprise entre 20 et 25 bars et l'écart de la température entre 200 et 230 °C. La figure 1.10 représente le schéma de l'usine HTC à Buchs [26].



**Figure 1.10** : Schéma de l'usine HTC à Buchs (Source : Brochure technique TFC) [24]



**Figure 1.11** : Schéma du réacteur de Buchs (Source : notice technique TFC) [26]

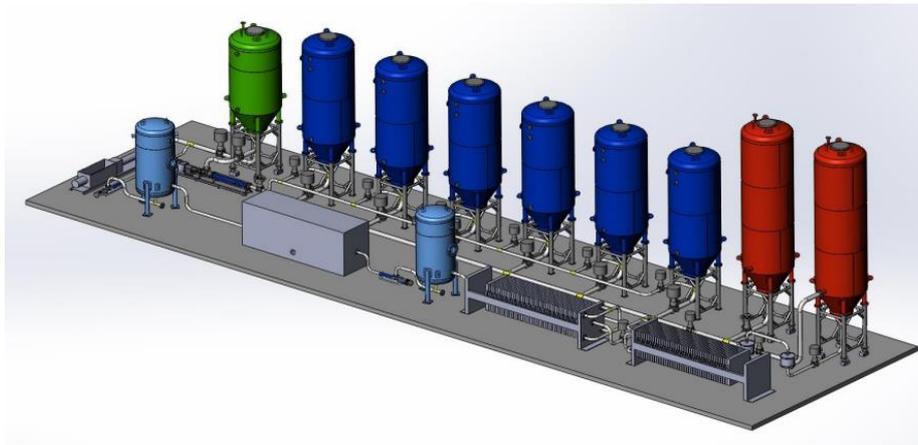
#### I.4.6 AVA-CO<sub>2</sub>

Ava-CO<sub>2</sub> est une société Suisse fondée en 2009. Elle est implantée à Zoug, en Suisse, et possède une filiale en Allemagne, à Karlsruhe. En 2010, l'entreprise a mis en service la première installation HTC au monde à l'échelle industrielle. L'AVA-CO<sub>2</sub> planifie, construit et exploite, pour le compte de ses clients, des installations HTC dans lesquelles les boues d'épuration et les matières végétales résiduelles sont traitées et converties en hydrochar à bilan carbone neutre, de manière efficace et rentable [27]. La figure 1.12 représente l'usine HTC à Karlsruhe en Allemagne. L'usine peut utiliser différents types de matières premières à savoir : boues d'épuration, digestat provenant du processus de digestion anaérobie, déchets de jardin, fraction

organique des déchets solides municipaux (MSW en anglais). Le matériau d'entrée doit être prétraité de manière à pouvoir être pompé dans le réacteur. La figure 1.13 est le schéma du système AVA-CO<sub>2</sub>. C'est un réacteur dont le mode d'alimentation est discontinu qui a un volume 5000 L avec une capacité environ 2 664 à 3 500 tonnes/an et un temps de rétention entre 5 et 10 heures. La plage de pression de ces réacteurs est entre 22 et 26 bars et l'écart de température entre 220 et 230 °C [26].



**Figure 1.12** : Photo de l'usine HTC à Karlsruhe [28]



**Figure 1.13** : Schéma du système AVA-CO<sub>2</sub> [28]

#### **I.4.7 Environnement Campus Birkenfeld**

Le réacteur d'essai campus Birkenfeld ( figure 1.14) est constitué d'une cuve sous pression cylindrique fermée par une extrémité plate en bas et une collerette en haut. Il ne possède aucun dispositif d'agitateur. Son mode d'alimentation est discontinu et il a un volume de 3 litres, avec une plage de pression inférieure à 30 bars, un écart de température compris entre 180 et 250 °C et dont le système de chauffage est un manteau électrique [26].



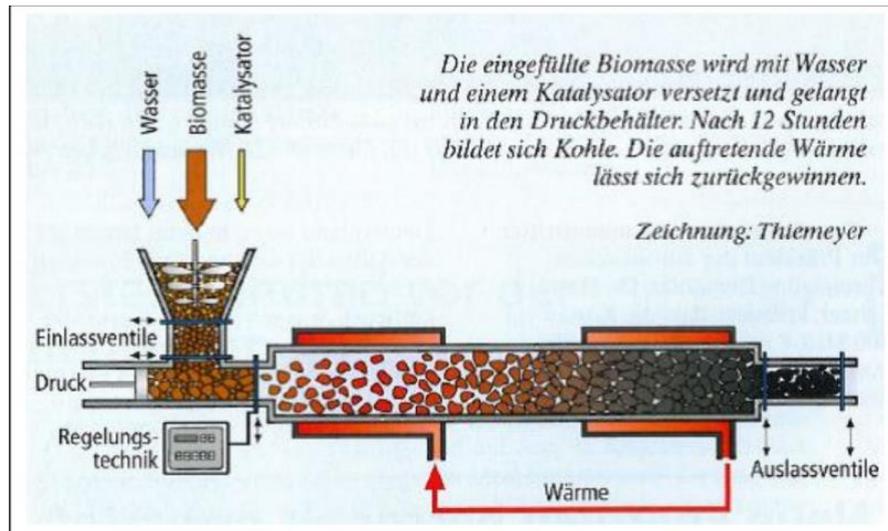
**Figure 1.14 :** Photo du réacteur de Birkenfeld [26]

#### **I.4.8 Agrokraft**

Agrokraft est une entreprise active dans des projets d'énergies renouvelables en Allemagne. L'un de leurs domaines d'intérêt est la valorisation optimale des flux de déchets, notamment issus de l'agriculture. Cette entreprise voit le HTC comme une technologie prometteuse pour transformer la biomasse de manière décentralisée en un produit de valeur, tout en apportant une solution au problème du CO<sub>2</sub> [29]. La figure 1.15 illustre le système Agro kraft HTC. Le schéma détaillé de ce système est montré dans la figure 1.16 avec un système de vannes à pression qui amène la biomasse vers le réacteur sous pression. Il s'agit d'un réacteur continu d'une capacité de 150 tonnes/an avec un volume de 150 litres. La plage de pression est 20-25 bars et l'écart de température est de 180-200 °C. Le temps de rétention varie entre 4 et 16 heures avant que le mélange aqueux ne soit libéré [26].



**Figure 1.15:** Photo du système Agro kraft HTC) [26]



**Figure 1.16** : Schéma du système Agrokraft HTC [26]

#### I.4.9 Cube du destin

Le cube du destin se compose d'un caisson contenant un réacteur HTC pour carboniser la biomasse algale. Le réacteur est constitué d'une cuve sous pression cylindrique scellée. Il n'a pas d'agitateur. C'est un réacteur discontinu, qui peut avoir un volume de 5 à 10 L, une pression de 10 bars et un écart de température entre 160 et 180 °C avec un manteau électrique comme système de chauffage [26].

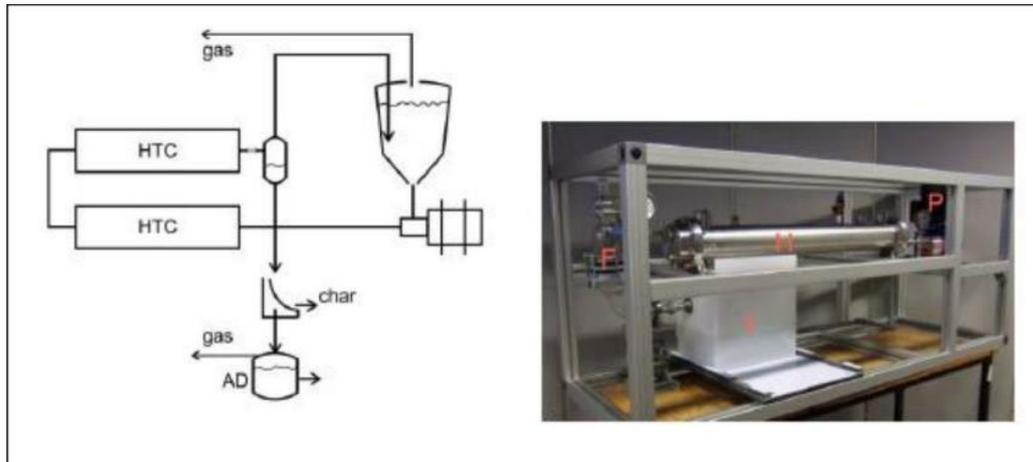


**Figure 1.17** : Photo du Cube du destin [26]

#### I.4.10 RTTC de Loughborough

L'Université de Loughborough (au Leicestershire, dans l'Est des Midlands en Angleterre) développe une toilette qui transforme les matières fécales en un matériau combustible hautement énergétique. Les nouvelles toilettes utilisent un procédé de carbonisation autothermique et hydrothermale pour produire un matériau sûr à manipuler et pouvant être utilisé pour conditionner le sol. Parallèlement au développement technique, les chercheurs conçoivent, au sein de cette université, un système pour supprimer les odeurs et offrir aux

utilisateurs une expérience positive et confortable. Le système est conçu pour être autosuffisant en termes d'apport énergétique, et rentable [30]. Il s'agit d'un système continu [24].



**Figure 1.18** : Schéma et photo du réacteur HTC à Loughborough [26]

### **Conclusion :**

Ce chapitre avait pour but de décrire la carbonisation hydrothermale ainsi que les propriétés physicochimiques et le potentiel de l'hydrochar pour la production d'énergie. Les trois produits issus de la carbonisation hydrothermale de la biomasse humide et dix types de réacteurs HTC ont aussi été décrits dans cette première partie du travail.

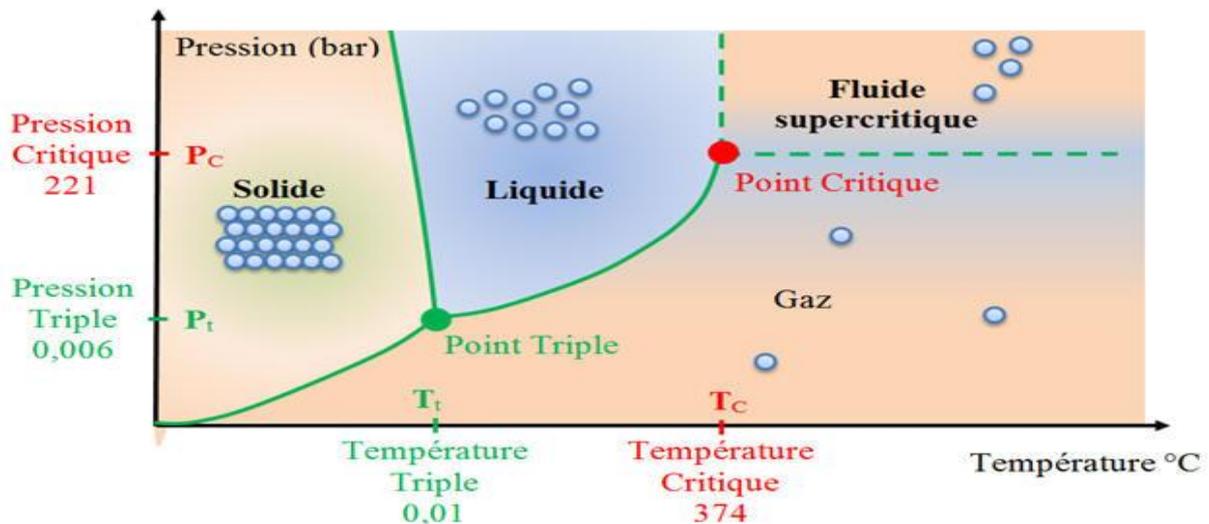
## Chapitre II : Carbonisation Hydrothermale de la Biomasse

## Introduction

Dans ce chapitre, la description détaillée du mécanisme réactionnel ainsi que les étapes de la décomposition hydrothermale de la biomasse ont été abordés en premier, suivi de celle du rôle de l'eau dans la réaction. Enfin, la troisième partie est dédiée à l'étude de l'effet des conditions opératoires sur les propriétés de l'hydrochar.

### II.1 Mécanisme et étapes de la HTC de la biomasse

L'augmentation de température en dessous de 374 °C diminue la constante diélectrique, affaiblissant les liaisons hydrogène de l'eau et produisant des constantes d'ionisation élevées, qui améliorent la dissociation de l'eau en ions hydronium acides ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ) et en ions hydroxyde basiques ( $\text{OH}^-$ ) [1]. Sous différentes températures, les propriétés de l'eau changent radicalement et le domaine d'application des processus hydrothermaux sont illustrés sur la figure 2.1.



**Figure 2.1 :** Changement de phase de l'eau changeant à différentes températures et domaine d'application du procédé hydrothermal [31].

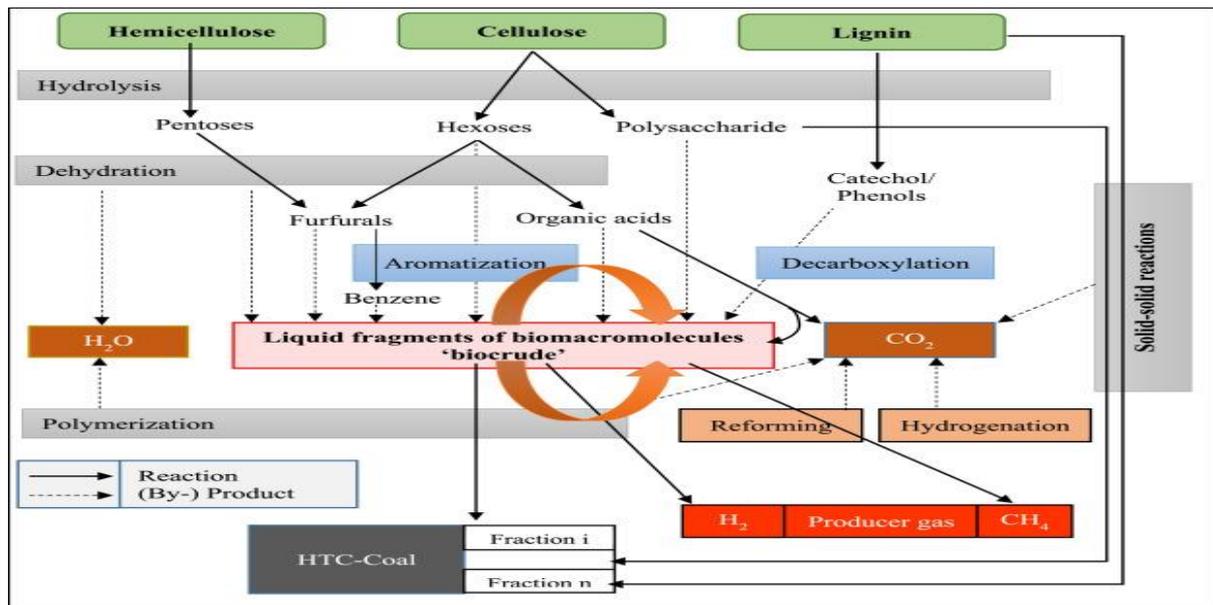
Au cours de la HTC, l'eau contenue dans la biomasse ou fournie au procédé est un excellent solvant et milieu réactionnel. Les conditions sont contrôlées relativement à basse température par rapport aux autres procédés thermochimiques (180–250 °C) sous pression autogène maintenue pendant un temps de séjour spécifié. Il est clair que le procédé HTC ne se limite pas à la biomasse lignocellulosique traditionnelle ; les matières premières peuvent être plus complexes, et ces matières premières renouvelables représentent de grandes quantités de matières organiques qui nécessitent un traitement approprié pour limiter la pollution de l'environnement [1].

L'HTC est un procédé exothermique en raison de la domination des réactions de déshydratation et de décarboxylation. Lors du processus HTC, entre 40 % et 60 % de l'hémicellulose et de la cellulose de la biomasse sont totalement ou partiellement décomposées laissant derrière un hydrochar à forte teneur en lignine insoluble dans l'acide. Le tableau 2.1 compare le pouvoir calorifique et la stabilité de la cellulose, l'hémicellulose et de la lignine sous les conditions standard et hydrothermale [14].

**Tableau 2.1 :** Pouvoir calorifique et stabilité de la cellulose, l'hémicellulose et de la lignine [14].

	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
<b>Formule moléculaire</b>	$(C_6H_{10}O_5)_n$	$C_5H_{10}O_5$	$C_9H_{10}O_2, C_{10}H_{12}O_3, \dots$
<b>Rapports atomiques</b>			
<b>O/C</b>	0,83	0,80	0,47-0,36
<b>H/C</b>	1,67	1,60	1,19-1,53
<b>Composants</b>	Glucose	Xylose, glucose, galactose, mannose, arabinose	Phényl-propane
<b>Pouvoir calorifique</b>	14-18 MJ.kg <sup>-1</sup>	17-18 MJ.kg <sup>-1</sup>	19-27 MJ.kg <sup>-1</sup>
<b>Dégradation thermique et solubilité dans l'eau</b>			
<b>Condition conventionnelle</b>	Insoluble dans l'eau	Dégradation thermique plus facile (structure amorphe)	Plus stable thermiquement et fortement insoluble dans l'eau
	Dégradée à 300-400°C	Dégradée à 200-300°C	Dégradée à 600°C
<b>Condition hydrothermale</b>	Hydrolysée dans l'eau sous-critique à 220°C	Hydrolysée dans l'eau à 160°C	Hydrolysée/dégradée dans l'eau quasi-ou supercritique

Cependant, plusieurs réactions se produisent au cours du processus de HTC à savoir : l'hydrolyse (réaction avec l'eau), la déshydratation (élimination de l'eau), la décarboxylation (élimination des groupes carboxyles qui entraîne l'élimination de CO<sub>2</sub>), la polymérisation (union de plusieurs molécules d'un composé pour former une grosse molécule), et l'aromatization (formation de composé aromatique) [21]. En 2014, des recherches ont rapporté que les composés inorganiques sont stables au cours du processus HTC et contribuent peu dans les réactions de décomposition de la biomasse. Les différents produits et les principales voies réactionnelles de l'HTC, sont présentés dans la figure 2.2 [14]. La décomposition d'un corps solide en milieu aqueux plus la composition complexe de la biomasse lignocellulosique représente une énorme contrainte à l'étude et à la compréhension de la cinétique chimique de formation d'hydrochar au cours de processus HTC [14].



**Figure 2.2 :** Principales voies réactionnelles du processus HTC [1]

## II.2 Rôle de l'eau dans la réaction HTC

L'eau est un élément fondamental pour l'exécution correcte du processus HTC et elle joue plusieurs rôles différents lors de la conversion thermique. En effet, bien qu'il soit possible d'utiliser un autre milieu réactionnel pour carboniser la biomasse, comme par exemple l'huile, il a été observé que la carbonisation hydrothermale est accélérée par l'eau. De même, l'eau conduit la chaleur plus facilement que n'importe quel liquide, à l'exception du mercure.

En particulier, à mesure que la température augmente, les propriétés physiques et chimiques de l'eau changent de manière significative. En effet, sa viscosité, sa tension superficielle, sa densité et sa constante diélectrique chute à température élevée, tandis que sa diffusivité et son auto-ionisation augmentent avec l'augmentation de la température ; cela signifie que l'eau est un produit riche en ions à des températures élevées, il peut donc agir comme catalyseur acide ou basique (rôle catalytique). L'eau étant une molécule très stable, l'élimination de chaque molécule d'eau de la biomasse, libère une certaine quantité d'énergie, faisant de la réaction HTC un processus exothermique. Par conséquent, l'eau représente le milieu de réaction idéal pour HTC, avec de bonnes propriétés de la chaleur (transfert et stockage) [22].

## II.3 Effet des conditions opératoires sur le procédé HTC

Le rendement et les propriétés physico-chimiques des produits d'HTC dépendent de la nature de la biomasse et des conditions opératoires du procédé tels que la température, la durée du traitement et le rapport massique biomasse/eau. Selon les conditions opératoires, il est possible de maximiser le rendement d'une phase par rapport aux autres et conférer à l'hydrochar les propriétés souhaitables pour une voie de valorisation choisie. Ci-après nous détaillons l'effet

de la nature de la biomasse et des principaux paramètres opératoires du processus HTC sur les propriétés et le rendement en hydrochar.

### **II.3.1 Effet de la nature et de la composition de la biomasse**

D'après les recherches scientifiques, chaque constituant de la biomasse végétale (Hémicellulose, cellulose, lignine) se dégrade à des vitesses et des plages de températures différentes dans un milieu réactionnel aqueux. L'hémicellulose se décompose en premier à environ 160 °C, alors que la cellulose se décompose environ sur la plage 180-220 °C. En raison de la stabilité thermique de la lignine, celle-ci se dégrade sur une plage plus large qui s'étale des températures de la zone quasi-critique à la zone supercritique de l'eau. La proportion de chaque polymère dans la biomasse brute a une influence significative sur la distribution des produits d'HTC ainsi que sur le comportement thermique de la biomasse. Les résultats de l'HTC des différents composants de la biomasse (lignine, cellulose, hémicellulose) montrent que le rendement en hydrochar dépend de la nature de la matière première. En 2015, des recherches au laboratoire ont rapporté qu'une biomasse avec un rapport hémicellulose/lignine faible produit une quantité élevée de l'hydrochar [14].

### **II.3.2 Effet de la température**

L'effet de la température de réaction sur des propriétés telles que le rendement, le pouvoir calorifique élevé, l'efficacité de récupération du carbone et la teneur en cendres est également étudiée dans cette recherche. Etant suggérée comme paramètre clé pour la HTC, la température joue un rôle essentiel à savoir d'offrir une chaleur de désintégration pour fragmenter la liaison biomasse [32]. La température du traitement HTC joue sur la vitesse et la nature des réactions de dégradation hydrothermale de la biomasse : l'hydrolyse du glucose à 270 °C prend quelques secondes alors que sa dégradation dure plusieurs heures à 150 °C [14].

Se référant aux recherches menées en 2011[33], l'ensilage de maïs digéré est utilisé pour produire de l'hydrochar par carbonisation hydrothermale. La recherche se concentre sur l'effet de la température sur la teneur en carbone et le rendement en hydrochar. Le travail conclut qu'une température plus élevée augmente la teneur en carbone mais réduit le rendement en hydrochar ([33,22]).

Concernant l'analyse élémentaire des hydrochars, de nombreuses expériences ont été faites à ce sujet par exemple en 2012, des chercheurs ont étudié l'effet de la température sur l'EFB (Bouquet de fruits vide) dans le HTC et ont observé que la valeur du carbone a augmenté tandis que les teneurs en hydrogène et en oxygène ont diminué avec une augmentation de la

température. A température plus élevée, les teneurs en oxygène et en hydrogène diminuent confirmant l'élimination de ces substances avec la température [32].

### **II.3.3 Effet de la durée de traitement**

Le temps de séjour est le deuxième paramètre important du processus de carbonisation, après la température, qui influence les caractéristiques du produit. Ce paramètre définit la longueur totale de la conversion de la biomasse à l'intérieur du réacteur. Dans ce procédé, une température et un temps de séjour plus faibles conduisent à un rendement élevé en produit solide et à une faible conversion du carbone et à un pouvoir calorifique plus élevé. La mise en œuvre du processus HTC à basses températures et courtes durées de traitement améliore le rendement en hydrochar mais montre une faible efficacité de condensation du carbone et d'élimination d'oxygène. Cependant, les hautes températures et les durées de traitement longues présentent un comportement complètement à l'opposé (c'est-à-dire une réduction du rendement en hydrochar). En 2015, un groupe de chercheurs ont remarqué que le rendement massique en hydrochar diminue avec l'augmentation de la durée de traitement. La quantité du gaz a augmenté alors que la concentration des composés solubles était constante. Les résultats montrent que la température a un effet plus significatif que la durée de traitement sur la distribution des produits solide, liquide et gazeux du procédé HTC [14].

### **II.3.4 Effet du rapport massique biomasse/eau**

Le rendement du produit peut être aussi influencé par le rapport biomasse/eau. Une plus grande quantité d'eau intensifie la réaction d'hydrolyse, entraînant une perte de masse importante et une diminution du rendement énergétique, mais la valeur calorifique augmente [21]. Un rapport massique biomasse/eau élevé concentre les monomères dans la phase liquide et favorise la formation d'hydrochar via des réactions de polymérisation à des temps de réaction courts. La diminution de ce dernier (rapport massique biomasse/eau faible), réduit les réactions entre les fragments et les monomères présents dans la phase liquide pour former l'hydrochar via des réactions de polymérisation. Donc le rendement en hydrochar diminue au profit d'une phase liquide qui augmente en teneur en carbone générant des eaux usées concentrées en demande chimique en oxygène (DCO) [14].

### **II.3.5 Effet de la pression**

Le rôle de la pression semble être moins important par rapport aux autres facteurs. La haute pression est censée améliorer les éliminations des extractibles de la biomasse. Il contribue également à faciliter le briquetage de l'hydrochar, qui pourrait être utile dans des applications techniques [21]. Des études ont montré en 2013 que la pression a un effet faible sur le rendement

d'hydrochar issu du procédé HTC du bois d'épicéa. Le rendement du solide diminue de 76,4% à 71,9% quand la pression passe de 15,54 bars à 250 bars indiquant que l'augmentation de la pression tend à favoriser la décomposition de la biomasse [14].

### **II.3.6 Effet du catalyseur**

Un bon nombre de catalyseurs ont été étudiés dans la littérature pour accélérer les mécanismes réactionnels et les vitesses de la décomposition hydrothermale de la biomasse. Un milieu réactionnel acide améliore la rupture des liaisons hydrogène liant les différents polymères constituant la biomasse et dégrade une fraction importante d'hémicellulose. La différence entre les taux globaux de conversion de la biomasse par HTC des systèmes catalysés ou non-catalysés devient négligeable à des températures élevées : les réactions de dégradation hydrothermale de la biomasse dépendent de la température. En 2012, des études ont montré que l'ajout du lactate de calcium (Ca), de propionate de calcium, d'acétate de calcium et de formiate de calcium n'affecte pas le rendement énergétique du processus HTC. Contrairement à l'ajout de chlorure de calcium et de lithium (Li), où le rendement énergétique du processus HTC augmente à 90 % [14].

#### **Conclusion :**

Dans ce chapitre, la description du mécanisme réactionnel, des étapes de la décomposition hydrothermale de la biomasse ainsi que l'effet des conditions opératoires sur les propriétés des produits ont été présentés, avec une attention particulière portée sur l'hydrochar.

Plusieurs réactions se produisent au cours du processus HTC, à savoir l'hydrolyse, la déshydratation, la décarboxylation, la polymérisation et l'aromatization. L'absence de l'étape de séchage augmente l'efficacité énergétique de conversion du procédé HTC de la biomasse à forte teneur en eau comparée aux procédés thermochimiques secs. L'eau sous les conditions HTC diminue les températures de décomposition des polymères constituant la biomasse expliquant l'effet de carbonisation plus importante de la carbonisation HTC par rapport à la torréfaction. La carbonisation HTC génère aussi un gaz ( $\text{CO}_2$  majoritaire) et des substances organiques et inorganiques solubles dans le liquide. La composition et la distribution des produits de la carbonisation HTC dépendent de la nature de la biomasse et des conditions opératoires.

**Chapitre III : Essais de conception d'un réacteur de 20  
litres de l'UASZ et résultats sur un réacteur de 2 litres de  
l'IHE**

Ce chapitre est réservé à la présentation des résultats d'un essai de conception d'un réacteur de 20 litres à l'UASZ et des résultats obtenus sur du typha avec un réacteur de 2 litres de l'IHE (Pays-Bas). Dans ce chapitre les normes adoptées pour la conception du réacteur vont être élaborées suivies des notes de calcul et pour finir, les résultats expérimentaux sur un réacteur de 2 L avec comme matière première du typha collecté au Sénégal seront présentés.

### **III.1 Standards de conception du réacteur**

Les équipements sous pression sont des appareils industriels destinés à la production, la fabrication, l'emmagasinage ou la mise en œuvre, sous une pression supérieure à la pression atmosphérique, des vapeurs ou gaz comprimés liquéfiés ou dissouts, comme les générateurs de vapeurs, les sphères de stockage de gaz sous pression, les tuyauteries d'un réseau sous pression. Ces équipements présentent des enjeux importants pour la sécurité ; leur conception et inspection périodiques sont réglementées.

La directive sur les équipements sous pression (DESP) 97/23/CE (et les arrêtés royaux correspondants) sont appliquées pour la conception, la construction et l'évaluation de la conformité de tous les équipements sous pression ayant un volume supérieur à un (1) litre et une pression maximale supérieur à 0,5 bar depuis le 29 mai 2002 en Suisse et dans l'Union européenne (UE) [35, 36, 37]. Le réacteur sera donc soumis à la directive et doit être conçu, construit et testé en conformité avec cette directive, car cette réglementation demande à ce que tous les équipements et ensembles sous pression mis en circulation et en service répondent aux exigences essentielles de sécurité en matière de conception, de fabrication et d'essais, ainsi que des prescriptions sur le plan de l'approbation des matériaux, l'évaluation de la conformité et le marquage CE (conformité européenne) [26]. La directive 97/23/CE a fait l'objet d'une refonte, sous le nom de directive 2014/68/UE du Parlement Européen et du Conseil du 15 mai 2014, relative à l'harmonisation des législations des États membres concernant la mise à disposition sur le marché des équipements sous pression (refonte). La refonte porte essentiellement sur des explications complémentaires au regard de la directive. Cette directive a été transposée en droit belge par l'arrêté royal du 11 juillet 2016 relatif à la mise à disposition sur le marché des équipements sous pression [36]. Beaucoup de fabricants, à savoir [35,26, 38], se basent sur les réglementations internationales pour tester et certifier les équipements sous pression:

- Code américain ASME de l'American Society of Mechanical ;
- AD 2000 Merkblatt ;
- Directive européenne relative aux équipements sous pression 2014/68/EU, DESP.
- CODAP

- BS 5500
- NF EN 13445...

### III.2 Notes de calcul

Le tableau 3.1 regroupe les différentes équations qui permettent de faire le calcul du bilan massique du carbone contenu dans les trois produits, du rendement solide sur base sèche, du contenu énergétique de l'hydrochar et de l'énergie consommée.

**Tableau 3.1 : Méthodes de calcul [26]**

Paramètres		Calcul
Bilan massique du carbone	%C solides	$\frac{C_{hydrochar} * TS_{hydrochar} * m_{hydrochar}}{C_{sample} * TS_{sample} * m_{sample}}$
	%C liquides	$\frac{TOC \left[ \frac{g}{l} \right] * V_{PW} [l]}{C_{sample} * TS_{sample} * m_{sample} [g]}$
	%C gaz	$1 - C_{solides} - C_{liquides}$
Rendement solide [% base sèche]		$\frac{TS_{hydrochar} * m_{hydrochar}}{TS_{sample} * m_{sample}}$
Contenu énergétique du charbon HTC [kWh]		$\frac{TS_{hydrochar} * m_{hydrochar} [g] * PCS [J/g]}{3,600,000 [J/kWh]}$
Energie consommée [kWh]		A déterminer

Les différents paramètres sont ci-contre explicités.

$C_{hydrochar}$  : Pourcentage massique du carbone des charbons-HTC (hydrochars)

$TS_{hydrochar}$  : Quantité de matière solide totale (charbon HTC)

$m_{hydrochar}$  : Masse hydrochar (charbon HTC)

$C_{sample}$  : Pourcentage massique du carbone de l'échantillon

$TS_{sample}$  : Quantité totale de matière solide de l'échantillon

$m_{sample}$  : Masse échantillon

$V_{PW}$  : Volume en litre (L)

$TOC$  : Carbone organique total présent dans l'eau de traitement après réaction

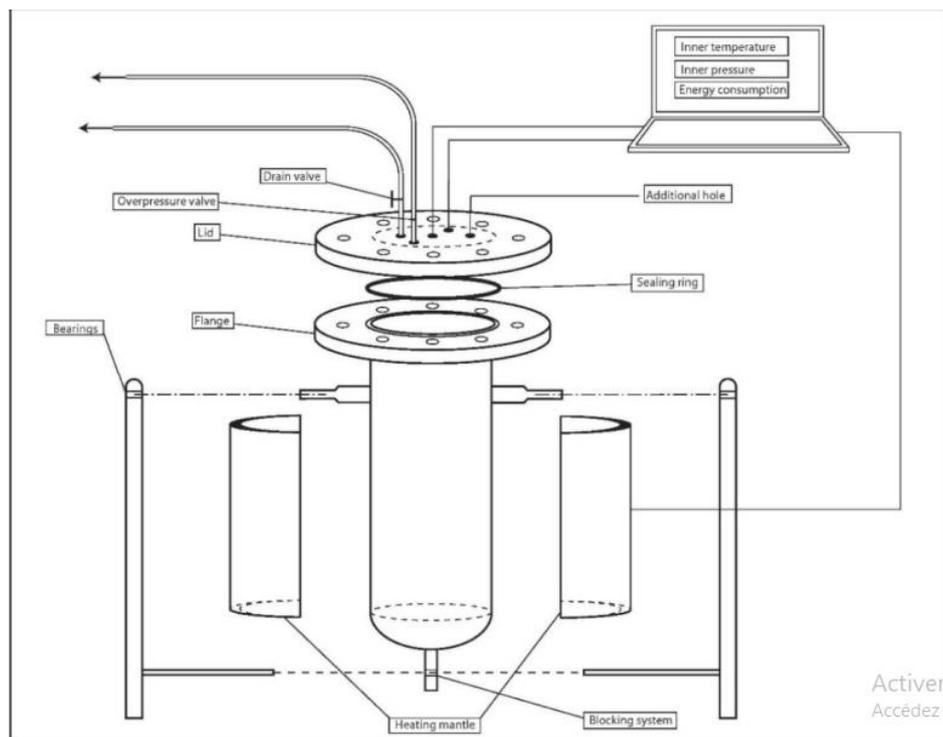
$PCS$  : Pouvoir calorifique supérieur du charbon

### III.3 Description du réacteur

Le réacteur HTC est construit en acier inoxydable (voir figure 3.1), vu qu'il est en contact avec de l'eau au cours de la réaction et doit être résistant aux conditions acides de l'eau du procédé. C'est un simple tuyau cylindrique dont la taille choisie est DN 200 ce qui signifie un diamètre intérieur de 200 mm. Le réacteur discontinu est prévu pour avoir une capacité d'environ 20 litres (c'est-à-dire un tuyau de 600 mm de long) fermé à une extrémité par une cuve à fond bombé (forme incurvée), qui fonctionne en mode discontinu, sans agitateur, et chauffé à l'aide d'une couverture chauffante électrique externe (puissance maximale de 2 500 W et température maximale de 350 °C) qui entoure la cuve. Le dessus est équipé d'une collerette et fermé par un couvercle vissable sur la collerette, permettant une accessibilité aisée à l'intérieur du réacteur. De ce fait, le réacteur peut être facilement ouvert, rempli et hermétiquement fermé. Une bague d'étanchéité en graphite permet de fermer hermétiquement le réacteur.

Le chauffage électrique est assuré par une enveloppe chauffante cylindrique ceinturant la cuve. La température extérieure est régulée par un régulateur relié au chauffe-ballon. Un compteur d'énergie est relié au chauffe-ballon pour mesurer l'énergie consommée lors de la réaction. La température et la pression intérieures ainsi que la consommation électrique seront enregistrées au fil du temps sur un ordinateur pendant les réactions. La pression maximale admissible est contrôlée par une soupape de surpression qui libère la pression lorsqu'elle dépasse une certaine limite. La vapeur dégagée est dirigée vers l'extérieur par un tuyau en acier inoxydable. En fin de réaction, après avoir laissé refroidir le réacteur, la pression résiduelle sera relâchée grâce à une vanne de vidange et les gaz résiduels dirigés vers l'extérieur par un tuyau en plastique.

Une fois la réaction terminée, le contenu du réacteur doit être récupéré. Le réacteur peut être fixé avec deux tiges latérales sur un cadre à paliers à partir duquel il peut tourner. Ce système de rotation simple permet de vider facilement le contenu et de laver le réacteur après chaque réaction. Une autre possibilité serait d'utiliser un récipient interne séparé qui peut être facilement retiré du réacteur et facilement vidé après la réaction. L'inconvénient d'un tel système serait qu'il augmente l'épaisseur entre le chauffe-ballon et le substrat, aggravant le transfert de chaleur entre les deux. Une barre transversale amovible (pouvant être bougée) fixée à la tige inférieure en bas du réacteur permet la rotation, à bloquer en cas de besoin (par exemple lors de l'ouverture et de la fermeture du réacteur ou pendant la réaction). Un trou supplémentaire est également prévu sur le couvercle, laissant la possibilité de changer la disposition des instruments de mesure (par exemple température intérieure mesurée sur le côté plutôt qu'au milieu) ou d'ajouter un nouvel appareil (pH-mètre, vanne de prélèvement, agitateur).



**Figure 3.1** : Schéma du réacteur prototype [26]

### III.3.1 Caractéristiques

La classification se fait en fonction de la pression, du volume et du groupe de fluide. Comme la phase gazeuse dans le réacteur peut contenir du méthane, la catégorie de groupe de fluide est désignée comme inflammable et donc dangereuse (groupe 1). Avec ce type de substance, le réacteur est classé sous la catégorie III de la DESP 97/23 CE. Cela nécessite des matériaux et des travaux de soudure appropriés, des soudeurs qualifiés, des contrôles non destructifs, des plans de construction et des calculs, une analyse des risques et un manuel d'utilisation. Les matériaux, la conception et la construction sont soumis à une évaluation de la conformité et doivent être certifiés par un organisme habilité. Le tableau 3.2 présente les différentes spécifications du réacteur HTC à concevoir [39].

**Tableau 3. 2** : Caractéristiques du réacteur HTC [22, 26]

Réglementation appliquée	PED 97/23 EC - AD2000
Groupe de fluide	Inflammable
Catégorie	III
Taille du tuyau (diamètre)	DN200
Volume	20 Litres
Plage de pression	10-25 bars
Pression maximale	30 bars
Plage de température	180 – 220 °C
Température max admissible	300 °C
Nombre max de cycles de charge	1000

### III.3.2 Matériaux

En contact avec l'eau, le réservoir sous pression doit être résistant aux conditions acides et être en acier inoxydable. L'acier inoxydable est un acier à faible teneur en carbone qui contient du chrome (Cr) avec un minimum de 10 % de teneur en masse, ce qui lui confère ses propriétés inoxydables et résistantes à la corrosion [40]. Les métaux spéciaux, y compris les aciers inoxydables, ont des propriétés mécaniques et physiques uniques qui peuvent aider les ingénieurs et les fabricants à concevoir leurs spécifications de matériaux [41].

### III.3.3 Équipements additionnels et instruments de mesure

Les équipements additionnels et les instruments de mesure à mettre en place pour un bon fonctionnement du réacteur sont composés des éléments ci-contre.

#### ➤ Soupape de surpression

C'est la soupape de sécurité, qui ne libère la pression que lorsque la pression maximale admissible (30 bars), relevée à l'intérieur du réacteur, est atteinte. Il est ainsi relié à un tuyau en acier inoxydable pour l'épuisement éventuel de la vapeur dégagée.



Figure 3. 2 : Soupape de surpression [22]

#### ➤ Vanne de vidange

C'est une vanne qui libère la pression résiduelle, à l'intérieur du réacteur, une fois la réaction terminée, c'est-à-dire seulement lorsque le réacteur est refroidi (en dessous 40 °C).



Figure 3. 3 : Vanne de vidange [22]

➤ **Couverture chauffante**

C'est une couverture chauffante électrique isolée (pour éviter la dissipation d'énergie dans le milieu environnant) avec capteur de température interne et régulateur qui sert de système de chauffage et qui sera installé sous forme de ceinture du réacteur.



**Figure 3. 4 :** Couverture chauffante [22]

Pour une bonne prise de mesure des différentes grandeurs, il est cependant nécessaire de disposer des instruments de mesure :

➤ **Capteur de température**

C'est un capteur de température interne connecté à un écran à partir duquel les données peuvent être transférées vers un ordinateur via un câble USB. Le capteur de température est positionné au milieu du couvercle (valeurs enregistrées chaque 20 secondes) ;



**Figure 3. 5 :** Capteur de température [22]

➤ **Manomètre numérique**

C'est un capteur de pression interne à partir duquel les données peuvent être transférées à un ordinateur via un câble USB (valeurs enregistrées toutes les 20 secondes) ;



**Figure 3. 6 :** Manomètre numérique [22]

➤ **Compteur d'énergie**

C'est l'enregistreur de consommation d'énergie et la transmission de données passe par clé radio USB (valeurs enregistrées toutes les 3 secondes).



**Figure 3. 7 :** Compteur d'énergie [22]

**III.4 Étapes de conception du réacteur de 20 L dans sa version zéro**

Les dimensions du réacteur de 20 L en conception à Dakar dans sa version zéro sont présentées dans la figure ci-contre.



**Nous présentons ci-contre les éléments d'appréciation des résultats de la conception du réacteur de 20 L dans sa version zéro.**

Pour la conception du réacteur dans sa version zéro, il faut noter que le choix des matériaux est fait en fonction de la disponibilité des matériaux sur le marché au niveau local. Parmi ces matériaux, on peut noter :

« **handle, Rounde bar, hexagonal screw, hexagonal nut, washer** ». C'est-à-dire le « handle » ; ce dernier est conçu en fonction de la disponibilité des matériaux au Sénégal ;

La barre ronde a été utilisée à la place d'une barre plate ;

Un nombre de 8 écrous et 8 vis, ce qui fait un total de 16 rondelles, ont été utilisés au lieu de 12 écrous et 12 vis comme indiqué dans le document de conception technique du réacteur. Dans ce document, les items 4, 7, 13 et 14 n'ont pas été renseignés.

Lors de cette phase de conception, nous notons que les items 10, 11 et 12 ne peuvent être renseignés qu'après certification par le Bureau Veritas.

Enfin en ce qui concerne le poids du réacteur et la masse des différents accessoires constituant le réacteur, elles n'ont pas été renseignées (ces derniers seront peser avant les tests ou même à la livraison).

**Tableau 3.3** : Éléments de comparaison de la version zéro avec la procédure de conception standardisée [39]

Item	Quantité	Désignation	Dimension (mm)	Matériau	Poids (kg)	Appréciations
1	1	Coque cylindrique	219.1x6.3x590	316L	-	Ok
2	1	fond bombé de la cuve	219.1xmin5.4xED6	316L	-	Ok
3	1	Bride (mariée)	39xØ221xØ340	316L	-	Ok
5	1	Tête de fermeture	39xØ340	316L		Ok
6	2	Poignée (cornière + tube)	12x202	316L	-	Adapté
8	2	Barre ronde	40x120	316L	-	Ok
9	1	Barre plate	45x5x80	316L	-	Adapté (barre ronde au lieu de fer plat)
10	1	Tube	Après certification	-	-	-
11	1	Plaque de Support	Après certification	-	-	-
12	1	Plaque d'Identification	Après certification	-	-	-
15	8	Vis hexagonale	M20x110	A2-70		Adapté (8 boulons au lieu de 12)

16	8	Ecrou hexagonal	M20	A2-70	-	<b>Adapté (8 boulons au lieu de 12)</b>
17	16	Rondelle	M20x37/21x3	A2	-	<b>Adapté (16 au lieu de 24)</b>
18	1	Joint plat de culasse	259x239x2	Graphite	-	<b>Ok</b>
19	5	Bague d'étanchéité	26x21x1.5	-	-	<b>Ok</b>
Poids Total (kg)						
Coût Total						

Les images de la figure 3.9, montrent le réacteur HTC avec les différents capteurs de mesure et vanne, le cadre avec système tournant, le système de blocage ( figure 3.9 **a** et **b**) ainsi que la couverture chauffante (figure 3.9 **c**). Sur ces images, le fabricant a utilisé des manomètres analogiques alors que la procédure de conception suggère des manomètres numériques à connecter à un ordinateur. De ce fait les modifications/recommandation suivantes ont été faites avant la livraison du réacteur dans une autre version (version 1) :

- Le manomètre thermique variant de 0-300 °C et le manomètre de pression variant de 0-30 bars. Ces appareils doivent être numériques afin de faciliter la lecture des grandeurs mesurées sur un ordinateur ;
- La soupape de sécurité (safety valve) doit être faite avec un matériau résistant à de haute température ;
- La vanne de purge est à changer afin de bien respecter la notice de conception standard.



**Figure 3.9 :** Images du réacteur dans sa version 0

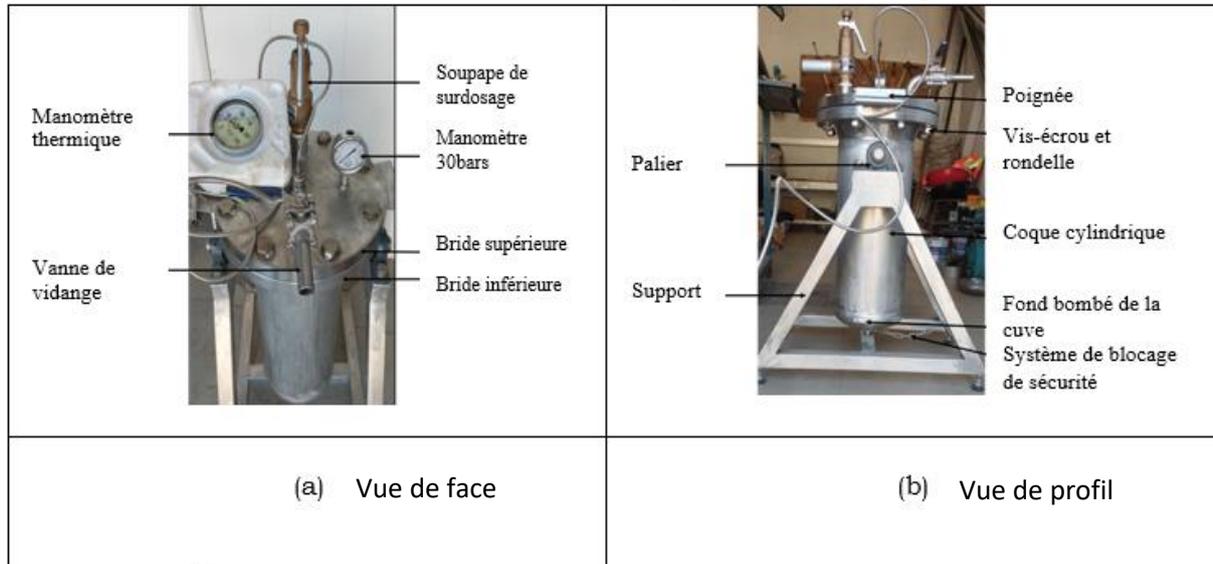
Le tableau 3.4 suivant illustre les étapes de soudure du réacteur lors de la conception (version 0) à Dakar.

**Tableau 3. 4 : Photos prises durant les travaux de soudure**





Le réacteur dans sa version zéro, finalisé est présenté sur la figures 3.10 (a) et (b).



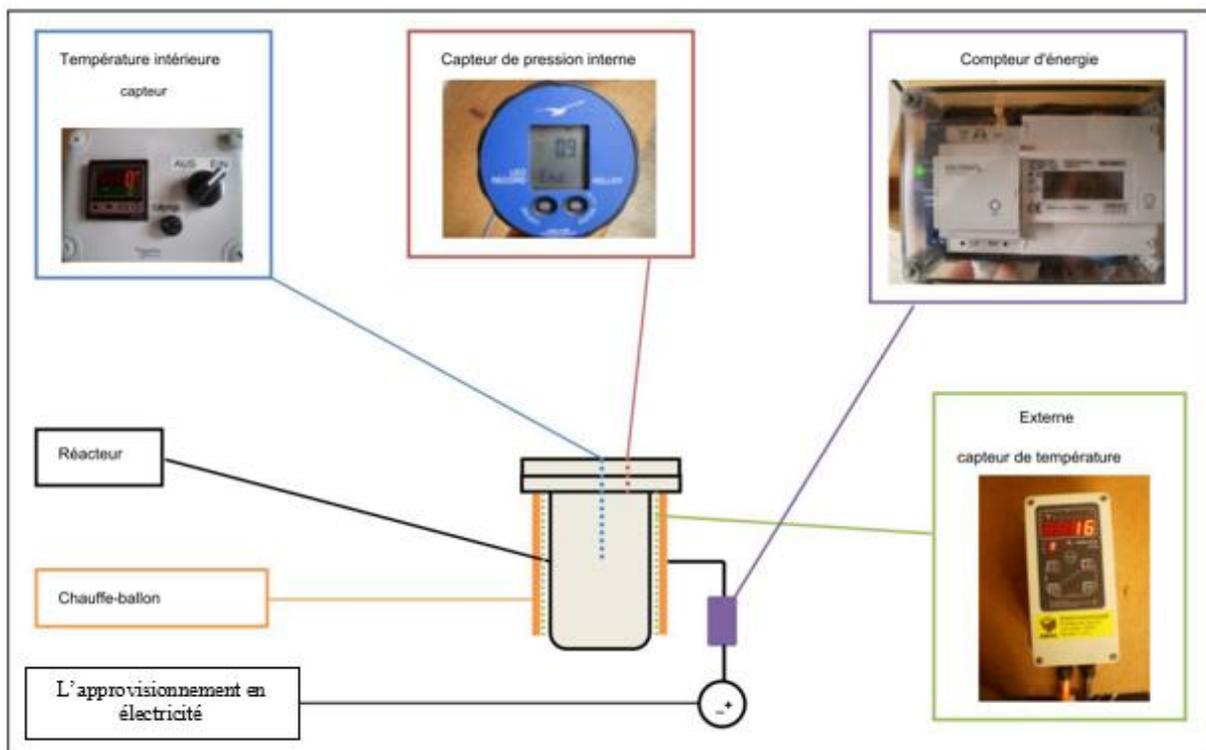
**Figure 3. 10** : Images annotées des différentes parties du réacteur

### Recommandations

Pour son implantation définitive du prototype HTC, notamment dans les pays en voie de développement, certaines considérations doivent être prises en compte, en raison de la température et de la pression élevées atteintes pendant la réaction, évitant ainsi les endroits bondés où les gens passent la plupart du temps. Pour cette raison, il est opportun de placer le réacteur discontinu dans un endroit fermé mais bien aéré, où seule la personne habilitée peut facilement accomplir toutes les phases à savoir le remplissage, la fermeture, l'ouverture et le vidange. Le réacteur est conçu avec une taille et un poids limité, tel qu'une seule personne peut le faire fonctionner.

Les paramètres tels que la température intérieure et la pression ainsi que la consommation d'énergie de la couverture chauffante sont enregistrées au cours de chaque test. La température extérieure est imposée avec le dispositif de régulation de la couverture chauffante. La température interne est mesurée au centre du réacteur par un capteur pour toutes les expériences à réaliser.

Après l'approbation de la conception et des dimensions du réacteur par le bureau Veritas (voir paragraphe suivant), les différentes parties du réacteur (figure 3.11) pourraient être achetées (instruments de mesure numériques pour être connecter à un ordinateur et les équipements supplémentaires) ou fabriquées. Quelques exemples de ces équipements sont donnés ci-contre et dans la partie III.3.3.



**Figure 3. 11 : Dispositif expérimental [22]**

### **III.5 Tentatives de certification du réacteur dans sa version zéro par VERITAS et test de démarrage**

L'inspection et la certification de la conformité selon les directives européennes sont faites par Bureau VERITAS qui est une société anonyme fondée en 1828 spécialisée dans les essais, l'inspection et la certification. Le bureau VERITAS est un organisme notifié (sous le n°0062) pour la certification CE de tous les équipements sous pression.

En prélude aux travaux de finition du réacteur dans sa version zéro, une visite de travail a été organisée par l'équipe de UASZ, de la SCPL et de IHE à Dakar auprès du concepteur et dans les bureaux de VERITAS à Dakar.

Lors des différentes sessions de travail, Bureau VERITAS a émis une requête portant sur les points ci-après afin que les différentes étapes de certification puissent être faites :

- ✓ Standards (Normes) à utiliser pour la confection de l'équipement ;
- ✓ Un DMOS / QMOS pour la confection du réacteur ;
- ✓ Nuance de l'acier du tube DN 200 ;
- ✓ Nuance de l'acier de la bride ;
- ✓ Certificats matière du tube DN 200 et de la bride ;
- ✓ Certificat matière d'apport (électrodes à utiliser pour le soudage) ;
- ✓ Le certificat de qualification du ou des soudeurs ;
- ✓ Le certificat de tarage de la soupape de sécurité.

A la lumière de cette visite, il a été noté que bon nombre de points ne pourront être appliqué à ce stade car la réalisation du réacteur avait démarré bien avant cette phase et surtout sans tenir compte du manuel de conception par le technicien concepteur. Ainsi, à la lumière de ceci, la liste des contrôles à effectuer sur le réacteur dans sa version zéro a été revue :

- ✓ Contrôle des soudures par radiographie ;
- ✓ Épreuve hydraulique par pompe ;
- ✓ Contrôle du ressuage.



**Figure 3. 12 :** Photos durant les travaux de soudure

Le réacteur, dans sa version zéro, une fois soudé et monté a subi des contrôles des soudures et deux contrôles ont été effectués sur les soudures :

Le premier contrôle effectué le 02 janvier 2023 sur toutes les soudures étaient revenus négatif ;

Le lundi 30 janvier 2023, suite aux réparations effectuées par le concepteur sur les deux soudures déjà contrôlées ; il a été ainsi constaté qu'une des soudures était conforme aux exigences et la seconde était revenue négative.

Enfin, il a été décidé suite à ces différents tests négatifs et aux usures notés sur le réacteur sans oublier les pertes financières occasionnées par les tests de changer de concepteur et ainsi de passer à la conception du réacteur dans sa version 1. La dite conception est actuellement en cours via une autre structure, à Dakar. La fin de conception de ce réacteur est prévue dans la quinzaine du mois d'avril 2023.

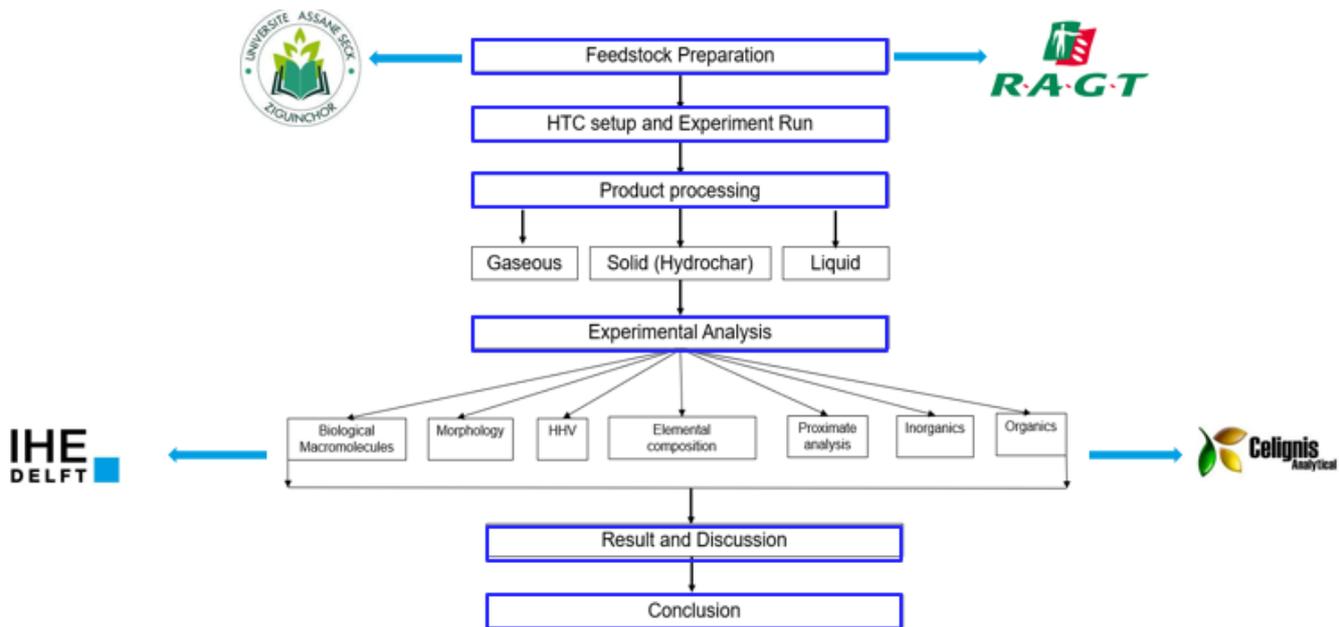
Ainsi pour lever cette contrainte portant sur les retards constatés sur les travaux de conception, nous avons ainsi travaillé avec les essais réalisés sur un pilote du laboratoire de IHE au Pays-Bas, sur un réacteur d'une capacité de 2 L. Les résultats présentés portent donc sur les travaux Mr Omar Abdeldayem Md Abdullah Al-Noman, travaux présentés lors de la conférence CasamanSun-FITER 2022.

### **III.6 Résultats et discussion sur les essais du réacteur de 2 L de IHE**

#### **III.6.1 Cadre d'analyse expérimentale**

Le cadre d'analyse expérimentale détaillée des essais menés à IHE sur un réacteur de capacité 2 L est résumé sur la figure 3.13 ci-contre. Tout d'abord, la matière première est préparée et collectée par l'Université d'Assane Seck de Ziguinchor au niveau du Technopole de Dakar et ensuite envoyée par IHE à RAGT en France pour leur broyage. Un plan d'expériences est ensuite dressé pour exécuter les expériences dans la configuration du HTC de l'IHE. Les produits des expériences HTC sont ensuite traités et collectés. Plusieurs analyses sont ensuite effectuées sur l'ensemble des produits transformés. Pour les produits gazeux et liquides (l'eau de procédé), ils sont analysés à l'IHE tandis que pour le produit solide (hydrochar), il a été analysé à CELIGNIS (Ireland).

Nous rappelons que RAGT et CELIGNIS comme UASZ et IHE sont des partenaires du projet BIO4AFRICA travaillant tous de concert sur les activités du workpackage 2 qui portent sur le développement et l'adaptation de solutions biosourcées robustes à petite échelle.



**Figure 3.13 :** Cadre d'analyse expérimentale [42]

### III.6.2 Présentation de l'échantillon de typha testé

La figure 3.14(a) représente la biomasse brute de typha qui a été collectée par l'Université Assane de Ziguinchor et la figure 3.14(b) montre le typha à l'état séché et broyé à une taille de particules de 1mm.



**Figure 3.14 :** Typha : a) humide et b) séché et broyé [42]

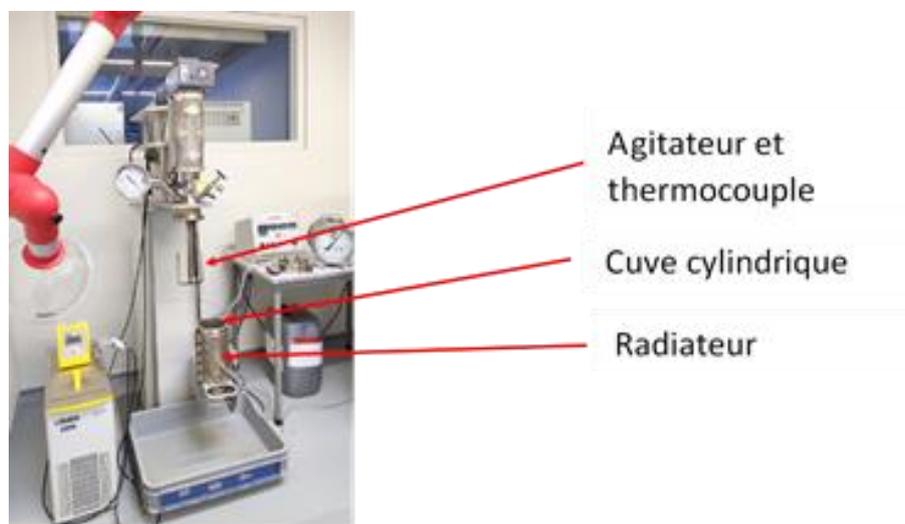
### III.6.3 Configuration HTC

La configuration du réacteur peut être décrite comme suit :

- une cuve de réacteur qui est chargée d'eau et de biomasse ;
- une couverture chauffante utilisée pour chauffer la cuve du réacteur ;

- un agitateur utilisé pour agiter le milieu du réacteur et un thermocouple pour mesurer la température intérieure.

Le réacteur de 2 L à l'échelle du laboratoire représenté sur la figure 3.15 doit contenir un volume d'eau de 70% ; un volume d'azote de 30 % et enfin la charge d'alimentation.



**Figure 3. 15** : Réacteur de carbonisation hydrothermale de 2L [42]

### III.6.4 Plan d'expériences

Au cours de cette recherche expérimentale, différents tests ont été réalisés avec le typha. Ces expériences sont au nombre total de 30 essais. Ces différents tests ont été menés dans le but d'analyser et de comparer les produits finaux obtenus et d'évaluer l'influence de la vitesse d'agitation sur le rendement, la teneur en carbone et la morphologie de l'hydrochar.

Le tableau 3.6 ci-contre, donne un aperçu des 30 essais réalisés dans le cadre de cette étude. La température a été fixée variant entre 180 et 250 °C, le temps de séjour compris entre 4 et 12 heures. Le rapport biomasse/eau (B /W en anglais) compris entre 1 et 10 % et le taux d'agitation variant 0 à 130 tr/min.

**Tableau 3. 5** : Les données expérimentales de l'étude [42]

Essais	Facteur 1 A : Température (°C)	Facteur 2 B: Temps de séjour (h)	Facteur 3 C : Rapport B/W (%)	Facteur 4 D : Taux d'agitation (tr/min)
1	215	12	5,5	65
2	198	10	7,8	98
3	198	6	7,8	98
4	215	8	1,0	65
5	250	8	5,5	65
6	233	10	3,3	98
7	215	8	5,5	0
8	215	8	10,0	65

9	215	8	5,5	65
10	215	8	5,5	33
11	233	6	3,3	98
12	198	10	3,3	33
13	198	6	7,8	33
14	198	10	7,8	65
15	215	8	5,5	130
16	198	10	3,3	98
17	215	8	5,5	65
18	215	8	5,5	65
19	233	6	7,8	98
20	215	4	5,5	65
21	180	8	5,5	65
22	233	6	3,3	98
23	215	8	5,5	65
24	233	10	7,8	33
25	233	6	7,8	33
26	198	6	3,3	33
27	233	10	3,3	33
28	233	10	7,8	98
29	198	6	3,3	98
30	215	8	5,5	65

### III.7 Résultats

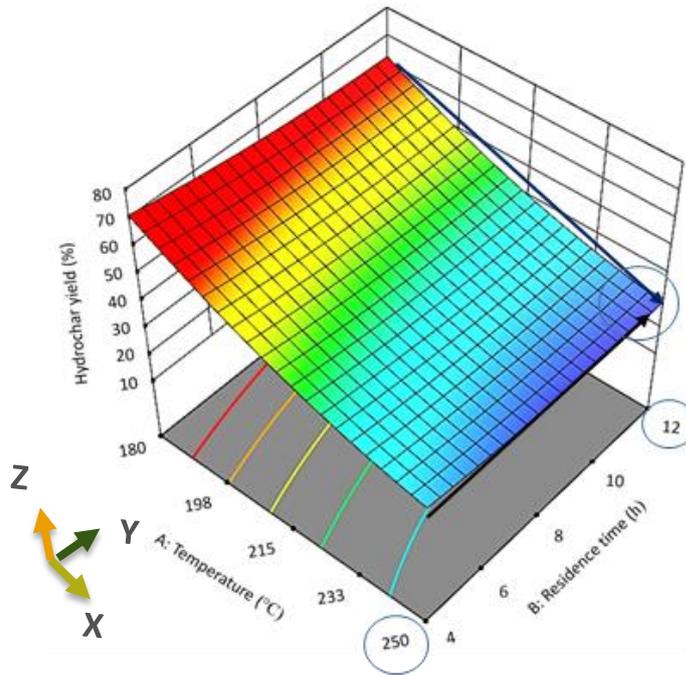
- **Effet de la température, temps de séjour sur le rendement en hydrochar**

L'équation 1 permet de prédire le rendement en hydrochar à n'importe quel point de la plage étudiée. À partir de cette équation, la surface de réponse a été développée. Dans les axes x et y, nous pouvons voir la température et le temps de séjour, tandis que le rendement en hydrochar est sur l'axe z.

D'après la réponse, nous pouvons remarquer plusieurs aspects :

- Le rendement en hydrochar a tendance à diminuer lorsque la température augmente,
- En augmentant le temps de séjour, le rendement en hydrochar a également tendance à diminuer.

Le rendement massique le plus faible a été trouvé à la température et au temps de séjour les plus élevés.



**Figure 3. 16 :** Influence de la température et du temps de séjour sur le rendement de l'hydrochar [42]

$$\text{Rendement en hydrochar (\%)} = 43,20 - 8,80A - 1,50B + 2,65C + 0,07D + 0,26AB + 0,87AC + 0,12AD + 0,50BC - 0,24BD + 0,12CD + 1,17A^2 + 0,45B^2 - 0,42C^2 + 0,71D^2$$

1

Les différents paramètres A, B, C et D sont ci-contre nommés :

A : Température

B : Temps de séjour

C : Charge de biomasse

D : Vitesse d'agitation

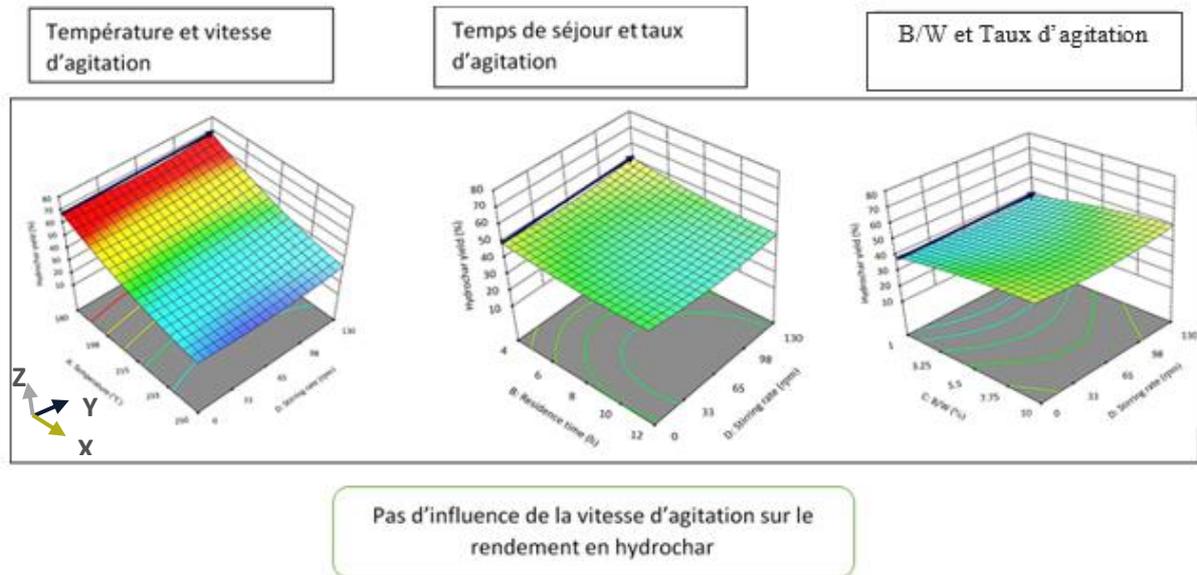
- **Effet de la vitesse d'agitation sur le rendement en hydrochar**

La figure 3.17 regroupe le rendement de l'hydrochar en fonction :

- ✓ de la température et de la vitesse d'agitation ;
- ✓ du temps de séjour et de la vitesse d'agitation ;
- ✓ du rapport biomasse/eau et de la vitesse d'agitation.

Les trois tests sont faits pour montrer l'influence de l'agitation sur le rendement de l'hydrochar.

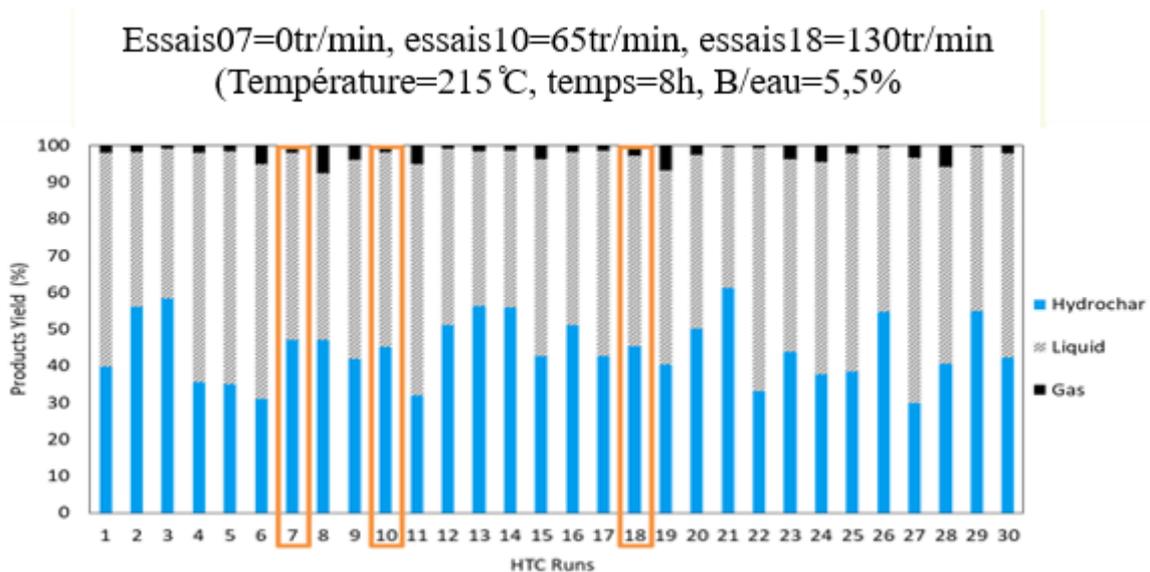
La température, le temps de séjour et la vitesse d'agitation sont représentés sur les axes x et y tandis que le rendement de l'hydrochar est sur l'axe z. Dans l'ensemble, les courbes sont plates et l'agitation n'a eu aucun effet sur le rendement en hydrochar à l'intervalle étudié.



**Figure 3. 17 :** Influence de la vitesse d'agitation sur le rendement de l'hydrochar [42]

- **Bilan massique des produits HTC**

Pour approfondir ces résultats, un bilan massique illustré sur la figure 3.18 a été effectué pour toutes les 30 séries. Dans l'ensemble, les produits liquides ont produit plus de 50 % de la masse initiale, à l'exception des cycles (essais) à 180 et 198 °C. En outre, si l'on se concentre sur les séries avec une agitation différente, on constate que le bilan de masse est très similaire en termes de composition et que l'agitation n'a pas eu d'effet.

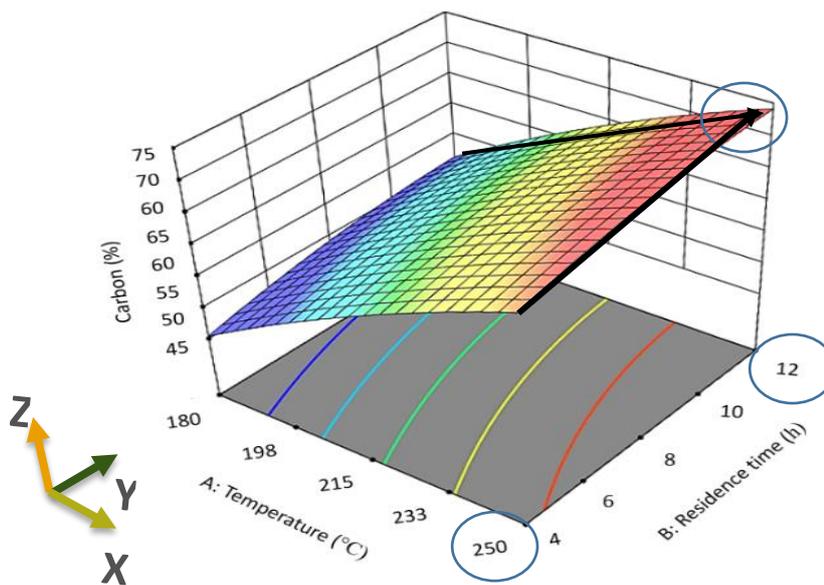


**Figure 3. 18 :** Bilan massique des produits HTC [42]

- **Effet de la température et du temps de séjour sur la teneur en carbone**

Comme pour le rendement massique, un modèle de régression (l'équation 2) a été développé pour la teneur en carbone de l'hydrochar qui peut également être utilisé pour la prédire le long de la plage d'étude. Le modèle de régression a permis de développer la surface de réponse. La température et le temps de séjour peuvent être trouvés sur les axes x et y tandis que la teneur en carbone hydrochar sur l'axe z.

La figure 3.19 montre qu'en augmentant la température et le temps de séjour, la teneur en carbone (d'hydrochar) augmente. La teneur en carbone la plus élevée a été trouvée au temps et à la température de résidence les plus élevés.



**Figure 3. 19 :** Effet de la température et du temps de séjour sur la teneur en carbone [42]

$$\text{Teneur en carbone d'hydrochar (\%)} = 62,38 + 5,76A + 1,44 B + 0,77C - 0,16D - 0,03 AB - 0,94 AC - 0,12 AD - 0,21 BC + 0,21 BD - 0,20 CD - 0,34 A^2 - 0,28 B^2 - 0,62 C^2 - 0,12 D^2$$

2

Les différents paramètres A, B, C et D sont ci-contre nommés :

A : Température

B : Temps de séjour

C : Charge de biomasse

D : Vitesse d'agitation

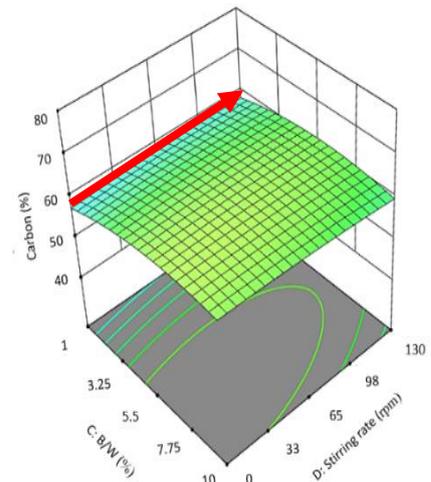
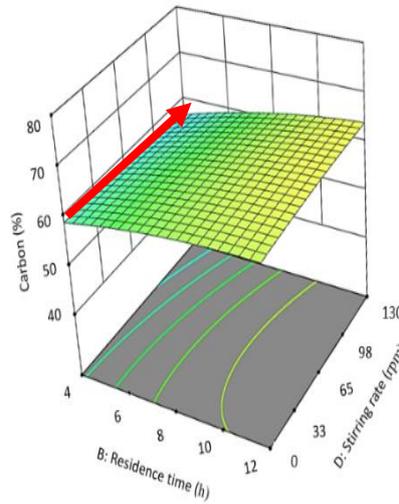
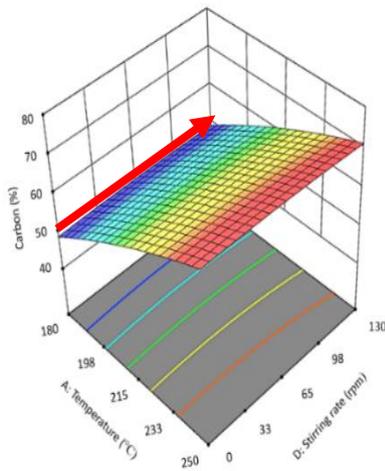
- **Effet de la vitesse d'agitation sur le rendement en hydrochar**

La figure 3.20 montre l'interaction de l'agitation avec d'autres paramètres tels que la température, le temps de séjour et le rapport biomasse/eau. Il a été constaté que l'agitation n'a eu aucun effet sur le processus car les graphiques n'évoluent pas dans le sens de l'agitation.

Température et vitesse d'agitation

Temps de séjour et taux d'agitation

B/W et Taux d'agitation



Aucune influence de la vitesse d'agitation sur la teneur en carbone dans cette expérience

**Figure 3. 20 :** Influence de la vitesse d'agitation sur le rendement en hydrochar [42]

- **Bilan carbone des produits HTC**

Pour approfondir ces résultats, un bilan carbone (figure 3.21) a été réalisé. Un bilan massique compris entre 87 % et 99 % a été obtenu comparé ceux obtenus compris entre 82-92% dans une étude précédente faite sur le même appareil.

D'après la figure 3.21 la teneur en carbone de l'hydrochar varie entre 48 % et 75 %. En comparant les essais avec des conditions similaires et des agitations différentes, nous constatons que ces cycles sont très similaires en termes de composition des produits donnés, ce qui indique que l'agitation n'a eu aucun impact sur le procédé.

Essais 07=0tr/min, essais 10=65tr/min, essais 18=130tr/min  
(Température=215°C , temps=8h, B/eau=5,5%)

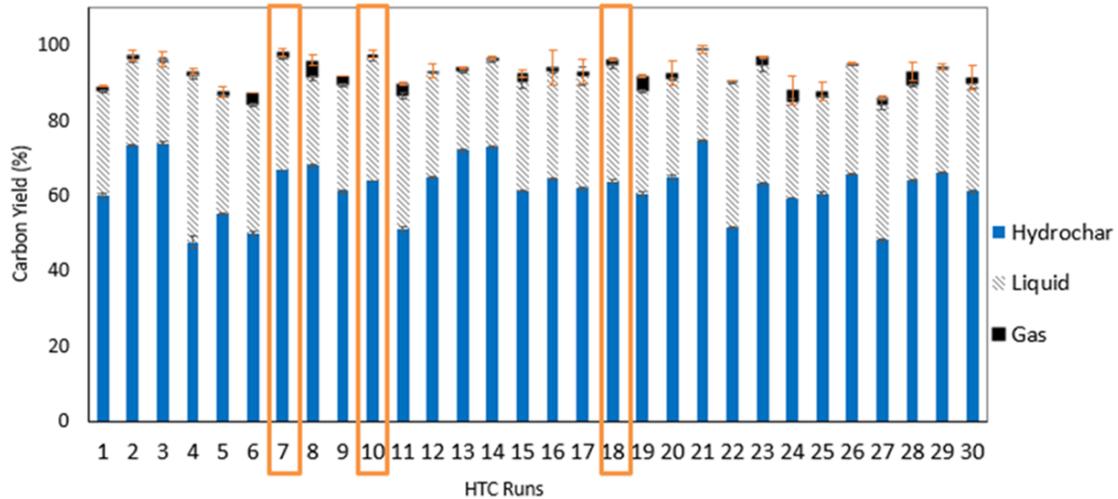
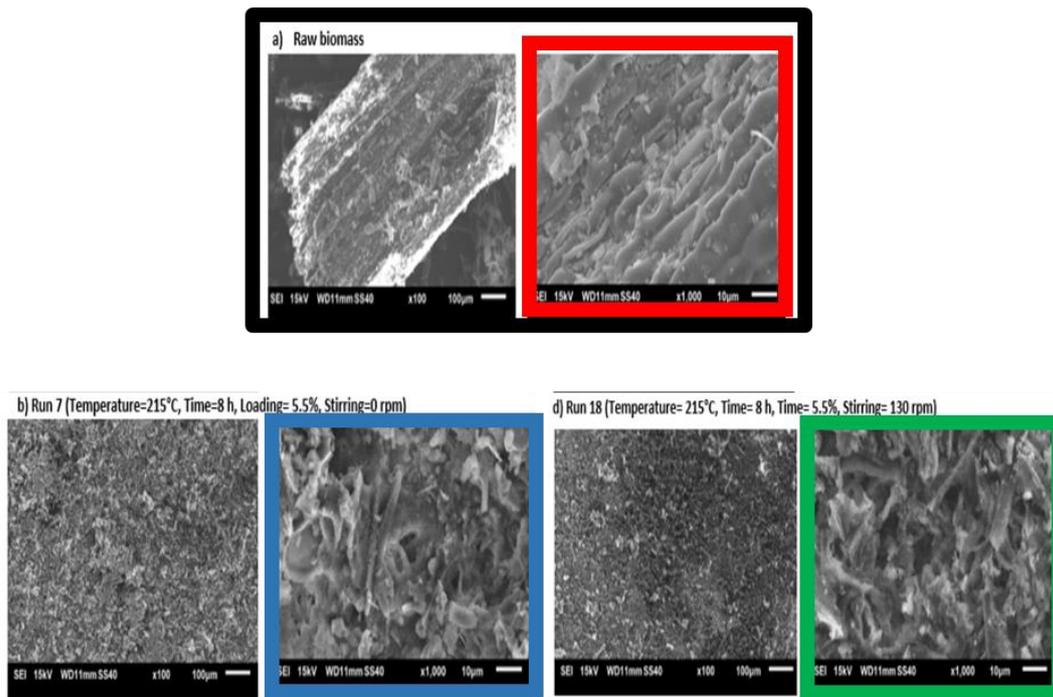


Figure 3. 21 : Bilan carbone des produits HTC [42]

- **Influence de la vitesse d'agitation sur la morphologie**

La comparaison de la différence morphologique due au brassage de l'hydrochar lors du procédé a aussi été étudiée et les résultats sont illustrés sur la figure 3.22. Sur l'image encadrée en rouge, se trouve la biomasse brute et la structure des fibrilles. Lors de l'application des conditions avec une température de 215 °C et un temps de séjour de 8h, l'hydrochar obtenu est représenté en rectangle bleu pour un nombre d' agitation égal à 0 tr/min et sur un rectangle vert pour des agitations correspondant à 130 tour/min.

On peut voir des différences entre les hydrochars produits à 215 °C et avec la biomasse brute et ces différences sont principalement attribuées à la dégradation de l'hémicellulose. Cependant, en comparant les hydrochars obtenus à 0 tr/min agitation et à 130 tr/min, aucune différence n'a été observée. Ce qui, à priori, peut nous faire dire que l'agitation n'a pas eu d'impact sur la surface de l'hydrochar obtenu à partir de biomasse hétérogène.



**Figure 3. 22 :** Influence de la vitesse d'agitation sur la morphologie [42]

Le rendement des produits d'HTC dépendent des conditions opératoires du procédé tels que la température, le temps de séjour et le rapport massique biomasse/eau. Selon les conditions opératoires, il est possible de maximiser le rendement d'une phase par rapport aux autres et conférer à l'hydrochar les propriétés souhaitables pour une voie de valorisation choisie. Le temps de séjour définit la longueur totale de la conversion de la biomasse à l'intérieur du réacteur. Dans ce procédé, une température et un temps de séjour plus faibles conduisent à un rendement élevé en hydrochar et à une faible teneur en carbone.

Dans la plage d'études, les meilleures conditions opératoires qui permettent d'obtenir un bon rendement en hydrochar (bilan massique compris entre 87 % et 99 %) et une bonne qualité de ce dernier sont les tests 2, 3, 13, 14 et 21 avec les conditions opératoires que sont :

Une température minimale de 180 °C et maximale de 198 °C

Un temps de résidence de 6h, 8h ou de 10h

Un ratio biomasse eau minimale de 5,5 et maximale de 7,8 et

Un taux d'agitation du mélange de 33, 65 et maximal de 98.

En résumé, l'une des conditions opératoires ci-contre peut conduire au meilleur rendement de l'hydrochar.

**Tableau 3. 6 :** Résumé des meilleures conditions opératoire maximisant le rendement en hydrochar

<b>Facteur 1 A : Température (°C)</b>	<b>Facteur 2 B: Temps de séjour (h)</b>	<b>Facteur 3 C : Rapport B/W (%)</b>	<b>Facteur 4 D : Taux d'agitation (tr/min)</b>
198	10	7,8	98
198	6	7,8	98
198	6	7,8	33
198	10	7,8	33
180	8	5,5	65

**Conclusion :**

Après avoir présenté les résultats d'un essai de conception d'un réacteur de 20 litres de l'UASZ (université Assane Seck de Ziguinchor), illustré les normes et notes de calcul adoptées respectivement pour la conception du réacteur et les essais menant à l'obtention des trois produits, ce chapitre donne les résultats obtenus sur du typha sur un réacteur de 2 litres de l'IHE (Pays-Bas). D'après les résultats des 30 essais, la vitesse d'agitation (0-130 tr/min) n'a pas d'influence sur le rendement massique, la teneur en carbone et la structure morphologique de l'hydrochar. De plus les interactions de la vitesse d'agitation avec la température, le temps de séjour et le rapport biomasse/eau étaient insignifiantes.

## Conclusion générale et perspectives

La carbonisation hydrothermale est un processus qui présente une multitude d'aspects intéressants et offre de nombreuses opportunités, notamment pour les pays en développement. Il peut être utilisé pour traiter les déchets problématiques comme les boues fécales, tout en produisant un produit hygiénique et précieux avec des besoins énergétiques relativement faibles. De plus, l'hydrochar peut être utilisé comme conditionneur de sol ou vecteur énergétique neutre en carbone, remplaçant éventuellement les combustibles traditionnels comme le charbon fossile ou le bois de chauffe et contribuant à lutter contre la déforestation. Cependant, pour son fonctionnement, ce système nécessite des températures et des pressions élevées, ce qui implique des exigences rigoureuses en ce qui concerne les matériaux ainsi que la procédure de conception. En effet, la conception et les dimensions ainsi que le type de matériaux du réacteur doivent être déterminés selon des normes de conformité strictes et en accord avec la réglementation applicable. Celles-ci exigent que tous les matériaux, la conception, les calculs, la procédure de construction comme le soudage par exemple soient réalisés par du personnel qualifié et soient supervisés et certifiés par une autorité compétente. En cela il fut donc difficile d'obtenir durant la conception de la version zéro du réacteur, un pilote fini afin de mener nos essais au laboratoire de Chimie et de Physique des Matériaux (LCPM) de l'université Assane Seck de Ziguinchor ; expliquant ainsi que nous ayons présenté les résultats obtenus à l'IHE, portant sur du typha produit au Sénégal.

Les travaux menés sur ce réacteur montrent ainsi que la température et le temps de séjour sont des paramètres importants du processus. D'après les résultats des 30 essais, l'augmentation de la température et du temps de séjour entraînent une réduction du rendement ainsi qu'une augmentation de la teneur en carbone de l'hydrochar. La vitesse d'agitation (0-130 tr/min) n'a pas d'influence sur le rendement massique, la teneur en carbone et la structure morphologique de l'hydrochar. De plus les interactions de la vitesse d'agitation avec la température, le temps de séjour et le rapport biomasse/eau étaient insignifiantes.

Ajouter ici la dernière phrase qui se trouve dans le résumé !

En perspective, il serait plus que nécessaire de finaliser les travaux de conception de la version 1 du réacteur afin d'étudier :

- ✓ l'influence de la vitesse d'agitation avec différents types de biomasse afin de confirmer les résultats obtenus sur le typha avec le réacteur de 2 L ;
- ✓ l'influence de la taille (broyage) de la matière première sur les différents paramètres étudiés ;
- ✓ et aussi de caractériser les différents biochars produits pour des applications de combustibles domestiques et d'amendement de sols en Casamance.

Enfin, conscient du fait que les besoins en énergie, le traitement de l'eau de procédé ainsi que les besoins en eau selon le type de matière première restent des aspects problématiques de la technologie (un vrai challenge surtout pour la conception de tel réacteur) dans les pays en développement, la réutilisation de la chaleur perdue, l'utilisation de l'énergie solaire et la possibilité de mélanger des substrats avec différents teneurs en eau demeurent des solutions à approfondir pour résoudre certains problèmes rencontrés dans ces pays.

## Références bibliographiques

- [1] T Wanga, Y Zhaia, Y Zhuc, C Lia, G Zenga; « Un examen de la carbonisation hydrothermale des déchets de biomasse pour la formation d'hydrochar : conditions de processus, principes fondamentaux et propriétés physicochimiques»;247pages.
- [2] N. Sabzoi, «Production and Characterization of Hydrochar from Hydrothermal Carbonization of Oil Palm Shell». 2015. doi: 10.13140/RG.2.1.2563.5682.
- [3] « Carbonisation hydrothermale », Wikipédia. juin 03, 2022.
- [4] Krailak Fakkaw; Décembre 2016, « Évaluation des réactions de carbonisation hydrothermale pour les matières fécales;Traitement des boues et production d'hydrochar » ;142pages.
- [5] S Sivaprasad, Dr A Manandhar et Dr A Shah, « Hydrothermal Carbonization: Upgrading Waste Biomass to Char », Avril 2021.
- [6] Philippe Th.epaut « Une plateforme dédiée à la carbonisation hydrothermale – Enerzine »juin 2011.
- [7] G. Ischia et L. Fiori, « Hydrothermal Carbonization of Organic Waste and Biomass: A Review on Process, Reactor, and Plant Modeling », Waste Biomass Valorization, vol. 12, n° 6, p. 2797-2824, juin 2021, doi: 10.1007/s12649-020-01255-3.
- [8] AmBu « Carbonisation hydrothermale », Wikipédia. janv. 09, 2022.
- [9] M. Guillot, « Etude du traitement de la biomasse par voie hydrothermale pour la récupération de molécules et de minéraux à haute valeur ajoutée », MyScienceWork, déc. 18, 2014.
- [10] H. B. Sharma, S. Venna, et B. K. Dubey, « Chapter 13 - Resource recovery and circular economy approach in organic waste management using hydrothermal carbonization », in Clean Energy and Resources Recovery, V. Tyagi et K. Aboudi, Éd. Elsevier, 2021, p. 313-326. doi: 10.1016/B978-0-323-85223-4.00003-8.
- [11] Luc EVRARD « La biomasse | biomasse-conseil.fr ».
- [12] Maël Dancette, « La Biomasse : définition, enjeux et avantages de cette énergie »,Octobre 2013.
- [13] S. Masoumi, V. B. Borugadda, S. Nanda, et A. K. Dalai, « Hydrochar: A Review on Its Production Technologies and Applications », Catalysts, vol. 11, n° 8, Art. n° 8, août 2021, doi: 10.3390/catal11080939.
- [14] Ayoub MISSAOU, Avril 2019«Etude de la conversion de la biomasse en energie par un procédé hydrothermal de carbonisation - Caractérisation des produits | Course Hero ».
- [15] D. Basso et al., « Agro-industrial waste to solid biofuel through hydrothermal carbonization », Waste Manag., vol. 47, n° Pt A, p. 114-121, janv. 2016, doi: 10.1016/j.wasman.2015.05.013.
- [16] W. Yan, J. T. Hastings, T. C. Acharjee, C. J. Coronella, et V. R. Vásquez, « Mass and Energy Balances of Wet Torrefaction of Lignocellulosic Biomass », Energy Fuels, vol. 24, n° 9, p. 4738-4742, sept. 2010, doi: 10.1021/ef901273n.
- [17] S. K. Hoekman, A. Broch, et C. Robbins, « Hydrothermal Carbonization (HTC) of Lignocellulosic Biomass », Energy Fuels, vol. 25, n° 4, p. 1802-1810, avr. 2011, doi: 10.1021/ef101745n.
- [18] M. Volpe et L. Fiori, « From olive waste to solid biofuel through hydrothermal carbonisation: The role of temperature and solid load on secondary char formation and hydrochar energy properties », J. Anal. Appl. Pyrolysis, vol. 124, p. 63-72, mars 2017, doi: 10.1016/j.jaap.2017.02.022.
- [19] I. Oliveira, D. Blöhse, et H.-G. Ramke, « Hydrothermal carbonization of agricultural residues », Bioresour. Technol., vol. 142, p. 138-146, août 2013, doi: 10.1016/j.biortech.2013.04.125.

- [20] A. Khosravi, H. Zheng, Q. Liu, M. Hashemi, Y. Tang, et B. Xing, « Production and characterization of hydrochars and their application in soil improvement and environmental remediation », *Chem. Eng. J.*, vol. 430, p. 133142, févr. 2022, doi: 10.1016/j.cej.2021.133142.
- [21] Le LoanThuyTien, 2019« Hydrothermal carbonization of lignocellulosic biomass: effect of process parameters on product yield » 79pages.
- [22] Paola Dea Marchetti; 2012, « Carbonisation hydrothermale (HTC) des déchets alimentaires – test d'un prototype HTC recherche unité pour les pays en développement»;199pages.
- [23] E. Unur, S. Brutti, S. Panero, et B. Scrosati, « Nanoporous carbons from hydrothermally treated biomass as anode materials for lithium ion batteries », *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 174, p. 25, 2013.
- [24] « A comparative review of biochar and hydrochar in terms of production, physico-chemical properties and applications », *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 45, p. 359-378, mai 2015, doi: 10.1016/j.rser.2015.01.050.
- [25] A. Salimbeni, « Industrial Scale Hydrothermal Carbonization: new applications for wet biomass waste », Consulté le: sept. 14, 2022. [En ligne]. Disponible sur: [https://www.academia.edu/31095066/Industrial\\_Scale\\_Hydrothermal\\_Carbonization\\_new\\_applications\\_for\\_wet\\_biomass\\_waste](https://www.academia.edu/31095066/Industrial_Scale_Hydrothermal_Carbonization_new_applications_for_wet_biomass_waste)
- [26] Zénon Robbiani, Avril 2013, « Conception et construction d'un prototype d'unité de recherche HTC pour les pays en voie de développement ».
- [27] « AVA-CO2 réalise une percée dans le domaine de la récupération du phosphore et présente le procédé « AVA cleanphos » », *BFM BUSINESS*.
- [28] Thomas M. Kläusli, « Carbonisation hydrothermale - utilisation efficace de la biomasse humide ».
- [29] « Artec - Artec HTC », juin 03, 2020. <https://www.artec-htc.de/> (consulté le janv. 20, 2023).
- [30] « Using hydrothermal carbonization – or simply pressure cooking – to manage faecal sludge (Loughborough University, UK) », mars 19, 2013.
- [31] Sharma, Venna, Dubey, Tyagi et Aboudi; *Clean Energy and Resources Recovery* « Chap. N° 17 La chimie du développement durable. Cours, Terminale S, 2012 »p. 313-326, janvier 2022, doi: 10.1016/B978-0-323-85223-4.00003-8.
- [32] Nizamuddin, 2015 « Production et caractérisation de charbon hydraulique à partir de Carbonisation hydrothermale de la coque de palmier à huile ».
- [33] J. Mumme, L. Eckervogt, J. Pielert, M. Diakité, F. Rupp, et J. Kern, « Hydrothermal carbonization of anaerobically digested maize silage », *Bioresour. Technol.*, vol. 102, n° 19, p. 9255-9260, oct. 2011, doi: 10.1016/j.biortech.2011.06.099.
- [34] NG TZE YI, Mai 2014 « Hydrothermal carbonisation of palm oil mill Effluent (pome)».
- [35] « Ensemble de règles AD2000, Association of TÜV eV, Berlin, juillet 2009, 6e édition
- [36] R. E. Blerot, « VERSION 1 Dépôt légal: D/2019/1205/06 », 2019.
- [37] O. Calmels, D. Clodic, et T. Michineau, « FAIBLE PRPDISPONIBLES », 2018.
- [38] Bureau Veritas France, « Evaluation de la conformité des équipements sous pressions neufs ».
- [39] « Rapport\_Conception\_Réacteur\_HTC\_08\_12\_2022V2LGN.docx ».
- [40] « eFunda: Informations générales sur les aciers inoxydables »..
- [41] « Éducation – SSINA ». <https://www.ssina.com/education/>.
- [42] O Abdeldayem, M A Al-Noman; 2022« Influence of Process Parameters on Hydrothermal Carbonization »23pages.

## ANNEXES

### 1) Annexe 1 : Exemple de résultats de contrôle de soudure

 <b>Bureau de Contrôle International</b> Web: <a href="http://www.bci-inspection.com">www.bci-inspection.com</a> E-mail: <a href="mailto:info@bci-inspection.com">info@bci-inspection.com</a>	<b>RAPPORT DE CONTRÔLE PAR RADIOGRAPHIE</b>	Réf : SN EN ND_RT 01
	<i>RADIOGRAPHIC EXAMINATION REPORT</i>	Version : 01
	RAPPORT N° : ND-RT/SN23-001/RT-001 REPORT N°	Page 2 sur 2
	CLIENT: UASZ/BIO4AFRICA	PROJET : PRJ-SN23-001

#### RESULTATS DE L'INTERPRETATION/ RESULTS OF INTERPRETATION

REPERE FILM ET SOUDURE <i>Film and weld ID</i>	SECTEUR AU POSITION SECTOR OR POSITION	Ø TROU/FIL Ø Hole/Wire DENSITE MOYENNE Average density	FISSURES Cracks	MANQUE DE FUSION Lack of fusion	MANQUE DE PENETRATION Lack of penetration	SOUFFLURES SPEROIDALES <i>gas pore</i>	NID DE SOUFFLURES Clustered porosity	SOUFFLURES ALLONGEES Linear porosity	SOUFFLURES VERMICULAIRES Worm hole	RETRASSURE Shrinks cavity	INCLUSION LATTIER Slag inclusion	INCLUSION METALLIQUE Metallic inclusion	CANVEAU Undercut	EXCES DE PENETRATION Excessive penetration	DEFAUT D'ALIGNEMENT Linear misalignment	MAUVAISE REPRISE Poor restart	MANQUE DE MATIERE LACK OF MATERIAL	DECISION		OBSERVATIONS Comments
																		CONFORME Acceptable	NON CONFORME Unacceptable	
<b>Reacteur S1</b>	0-25	2.4			X														X	A COUPER
	25-50	2.3	2-4		X														X	
	50-0	2.7			X														X	
<b>Reacteur S2FB</b>	0-25	2.8			X														X	A COUPER
	25-50	3.0	2-4		X														X	
	50-0	2.6			X														X	

### 2) Annexe 2 : Procédure de production d'hydrochar sur un réacteur HTC

Avant de faire les essais HTC un test de l'eau est réalisé. Au cours de cette expérience, le réacteur est rempli (dans le cas du réacteurs de 20 L) de 17 litres d'eau, fermé et chauffé à différentes températures dans le but de connaître comment la température et la pression intérieur réagissent lorsque la température externe évolue progressivement.

Le mode d'emploi du réacteur prototype HTC, comme procédures d'exécution, quel que soit le type de biomasse, est toujours le même dans tous les essais. De ce fait, les principales étapes d'utilisation du réacteur sont :

- ❖ Collecte et préparation de la biomasse.
- ❖ Préparation du réacteur avant le démarrage de la réaction.
- ❖ Fermeture du couvercle du réacteur, suivant une procédure précise.
- ❖ Allumer tous les programmes et démarrer la réaction.
- ❖ Contrôle des paramètres (principalement T et P) toutes les heures.
- ❖ Arrêt du réacteur et sauvegarde des résultats de tous les paramètres.

- ❖ Ouvrir le réacteur le lendemain, suivant une procédure précise.
- ❖ Nettoyage du réacteur à la fin, après séparation du charbon de l'eau de procédé.

### 3) Annexe 3 : technique d'analyse des produits du réacteur

Après avoir terminé la phase de nettoyage du réacteur, le charbon (d'hydrochar obtenu) est pressé avec le chiffon et mis dans un autre récipient propre pour connaître plus tard la quantité exacte (kg), grâce à une simple balance numérique. Puis un échantillon de ce charbon est prélevé pour la mesure de la quantité de solide total (TS) et est mis avec le reste de l'hydrochar dans le four à 105 °C pendant 24 heures. L'hydrochar sec est ensuite utilisé pour la mesure de pouvoir calorifique (PCS) et l'analyse élémentaire (C, H, O, et N). Il est également nécessaire de prélever deux échantillons de l'eau de procédé pour faire ensuite l'analyse de pH, de la conductivité électrique (CE) et du carbone organique total (COT). Les entrées et sorties de liquide et de solides sont également pesées avant et après la réaction et mis sous forme de tableau.

- **pH** : est la mesure de l'acidité de l'eau de procédé et il est mathématiquement défini comme le logarithme négatif de la concentration de l'ion hydrogène. Il est mesuré à l'aide d'un appareil de mesure numérique multi paramètres portable, basé sur la méthode standard.
- Electro-conductivité (**CE**) [ $\mu\text{S}/\text{cm}$ ] : est la mesure de la capacité de l'eau de procédé pour conduire le courant électrique. Il est mesuré avec un multimètre numérique portable, basé sur la méthode standard.
- Carbone organique total (**COT**) [ $\text{mg}/\text{litre}$ ] : C'est la quantité de carbone lié dans un composé présent dans l'eau de procédé. Il est mesuré en laboratoire.
- Solides totaux (**TS**) [%] : C'est la matière qui reste sous forme de résidu lors de l'évaporation et séchage, à l'étuve à 105°C pendant 24heures.
- Pouvoir calorifique supérieur (**PCS**) [ $\text{J}/\text{g}$ ] : représente la quantité de chaleur produite pendant la combustion complète et il sert à déterminer l'efficacité de l'hydrochar. PCS prend en compte la chaleur latente de vaporisation de l'eau dans les produits de combustion. Il est mesuré à travers un calorimètre à bombe.
- Analyse élémentaire (C, H, O et N) [% en poids] : permet la détermination de la masse fraction de carbone, d'hydrogène, d'oxygène et d'azote de l'hydrochar et de la matière première d'origine. Il est mesuré par l'lyseur élémentaire.